

鉛ガラスファイバーファラデー変調器を用いた旋光計

横田 正幸*・米山 誠秀*・山口 一郎*・芳野 俊彦**

*群馬大学工学部電気電子工学科 〒376-8515 桐生市天神町 1-5-1

**開成学園 〒116-0013 東京都荒川区西日暮里 4-2-4

Study on a Polarimeter Using a Faraday Rotator with Flint Glass Fiber

Masayuki YOKOTA*, Nobuyuki YONEYAMA*, Ichirou YAMAGUCHI* and Toshihiko YOSHINO**

* Department of Electronic Engineering, Faculty of Engineering, Gunma University, 1-5-1 Tenjin-cho, Kiryu 376-8515

** The Kaisei Academy, 4-2-4 Nishi-Nippori, Arakawa-ku, Tokyo 116-0013

A compact polarimeter using a flint-glass fiber Faraday rotator has been developed. The polarimeter is applied for detection of glucose concentration in glucose-water mixture. By using double coils for null method, the resolution of $0.025 \text{ g}\cdot\text{dl}^{-1}$ ($6.6 \times 10^{-4}^\circ$) and measurement range of $25 \text{ g}\cdot\text{dl}^{-1}$ (0.7°) have been performed for glucose samples in a glass cell of 10 mm in path length.

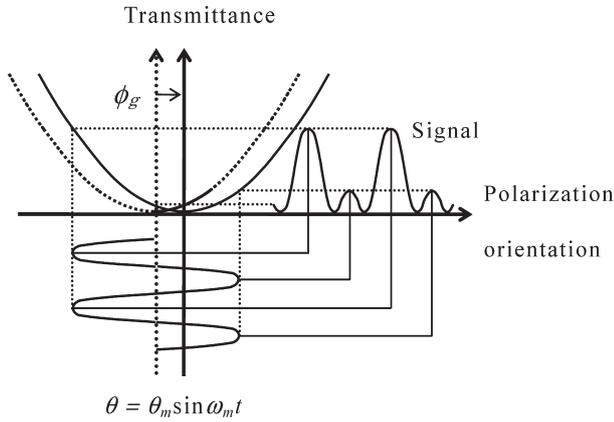
Key words: optical fiber, flint glass, Faraday rotator, polarimeter, glucose

1. はじめに

アミノ酸やグルコースなどの旋光性物質に直線偏光を照射すると、その偏光面が回転するため、この回転角(旋光角)を測定することで溶液の濃度などの情報が得られる。このような旋光角を測定する旋光計の応用のひとつとして、近年、糖尿病患者のための血糖測定が提案されている¹⁻⁷⁾。これらの方式は、入射直線偏光をファラデー変調することにより血糖(血液中のグルコース)の示す旋光性を高精度に測定するものであり、健常者の血糖値(約 $100 \text{ mg}\cdot\text{dl}^{-1}$)の10分の1程度の分解能が得られている¹⁾。このほかにも旋光計は、日本酒などの醸造過程の管理(おもにグルコース濃度観測)、香料中の光学活性物質の濃度測定、医薬品の検査、麻薬検出などの幅広い応用が可能である。現在、旋光角の測定感度を向上させるための手段として、ファラデー素子やポッケルスセルを使用し^{1,2,7)}、入射光の偏光を交流変調する方式が一般的である。しかし、これらバルク型の変調素子は一般に大きく、変調特性を自由に設定することが難しい。また、比較的高価で、変調に高電圧が必要であるなど取り扱いも容易ではない。上記の方式のほかにヘテロダイン法による旋光計も提案されているが、光源の周波数変調用に音響光学素子が必要になるな

ど、高精度であるが装置が複雑で大型化する⁵⁾。実用的な旋光計としては、より構成が単純で小型、安価なものが望まれる。そこで筆者らは、光ファイバー型のファラデー変調器を旋光計に導入することで構成の単純化や自由度を向上させることを検討し、鉛ガラスファイバーを用いたファラデー変調器を作製した⁸⁾。変調器の構成としては、鉛ガラスファイバーを巻いた空芯リングにトロイダル状にコイルを巻きつけたものであった。光ファイバーを用いる利点は、安価で取り扱いが簡便であることと、変調用の磁界との作用長が大きくとれることでファイバー自身のベルデ定数が小さいことを補える点にある⁹⁾。鉛ガラスファイバーは電流計測用に開発されたもので^{10,11)}、通常の石英ガラスファイバーに比べてベルデ定数が大きい一方、光弾性定数が非常に小さいため、曲げなどにより誘起される複屈折の影響が非常に少ないという大きな利点を有している。このためバルク型の素子に比べて、遜色のない消光比と変調度が実現可能である。この変調器を用いて筆者らはグルコースセンサーを作製し、グルコースと蒸留水の混合液に対して、約 $10 \text{ mg}\cdot\text{dl}^{-1}$ の分解能でグルコース濃度の測定が可能であることを示した⁸⁾。しかし、旋光角の直接測定ができないという欠点を有していた。そこで、旋光角の直接測定

E-mail: yokota@el.gunma-u.ac.jp



θ_m : Faraday modulation

Fig.1 Principle of polarization modulation method for measuring an optical activity by glucose.

のために、変調器に補償用のコイルを追加して、これに検出した信号を負帰還することで零位法を導入したが、コイル巻き数が20巻と少なく旋光角の測定範囲が 0.1° 以下で、測定も不安定であった。変調器も変調用コイル巻き数が1186巻と多いことから、抵抗が大きくなるために発熱し、さらに周波数特性が悪いという欠点を有していた。そこで、より測定範囲が広く汎用的な旋光計を開発することを目的として新たに変調器を改良し、これを用いた零位法による研究を行った。小型化した変調器を使用することで、単純かつフレキシブルな構成の旋光計を実現した。その測定特性を調べるために、入手の容易さからグルコース水溶液をはじめとして、市販されている日本酒、清涼飲料水などを試料としてその旋光角を測定し、旋光計としての特性を評価した。また、信号の検出方法を変えることで、左右の旋光についても測定を行った。

2. 測定原理

直線偏光が光学活性物質を透過することにより、透過光の偏光面が右または左に回転する現象を旋光性という。また、そのときに回転した角度は旋光角と呼ばれ、光学活性物質が示す旋光角は光路の長さ L と試料の濃度 C に比例するため、それらで正規化した比旋光度が用いられる。比旋光度は、一定の厚さの光学活性物質を透過する際に偏光面が回転する角度で、次式で定義される¹⁾。

$$[\alpha]_T^{\lambda} = 100\alpha / CL \quad (1)$$

ここで、 α は観測される旋光角(deg)、 L は試料セルの長さ(dm)、 C は100 ml中の物質の質量($\text{g}\cdot\text{dl}^{-1}$)である。比旋光度は、光源の波長(λ)、温度(T)、溶媒の種類によって影響される。比旋光度は、一般にナトリウムのD線

(589 nm)を用いて $20\sim 25^\circ\text{C}$ で測定され、グルコースでは

$$[\alpha]_D^{20} = +52.7^\circ \quad (2)$$

である。微小な旋光角を検出するために、入射直線偏光の偏光面を交流変調し、透過光により得られる出力信号中の変調周波数成分をロックイン検出する方法が一般的に用いられている。Fig.1は、方位が直交した2つの偏光子間にファラデー変調器を置き、直線偏光の偏光方向を角度幅 θ_m で正弦変調し、旋光角 ϕ_g をもつ試料を透過した場合の透過率 T_m と入射偏光方位の関係、およびそのときに得られる出力波形を模式的に表したものである。破線が試料を挿入しない場合の系の透過率で、実線が試料を挿入した場合の透過率である。このとき、試料を挿入した場合の透過率 T_m は次式で与えられる。

$$T_m = \sin^2(\theta_m \sin \omega_m t + \phi_g) \quad (3)$$

ここで、 $\omega_m = 2\pi f_m$ は変調角周波数である。光検出器で受光される光強度 I は T_m に比例する。いま、式(3)をベッセル関数で展開すると、

$$\begin{aligned} I \propto T_m &= (1/2) \{1 - \cos(2\theta_m \sin \omega_m t) \cos 2\phi_g \\ &\quad + \sin(2\theta_m \sin \omega_m t) \sin 2\phi_g\} \\ &= (1/2) \{1 - J_0(2\theta_m) \cos 2\phi_g - 2J_2(2\theta_m) \\ &\quad \cos 2\phi_g \cos 2\omega_m t - \dots \\ &\quad + 2J_1(2\theta_m) \sin 2\phi_g \sin \omega_m t + 2J_3(2\theta_m) \\ &\quad \sin 2\phi_g \sin 3\omega_m t + \dots\} \end{aligned} \quad (4)$$

となる。ここで、 J_n は n 次のベッセル関数である。式(4)から、変調周波数成分 $\sin \omega_m t$ の振幅 I_ω は次式のようになる。

$$I_\omega = J_1(2\theta_m) \sin 2\phi_g \quad (5)$$

このとき、旋光角 ϕ_g の値が十分小さい場合には $\sin 2\phi_g \approx 2\phi_g$ と近似できるので、式(5)から、基本周波数成分の振幅は旋光角 ϕ_g に比例する。それゆえ、基本周波数成分をロックイン検波し、その出力をフィードバック信号としてファラデー変調器に負帰還することで旋光角を補償する零位法測定を行うことができる。この場合の系の透過率 T_m は

$$T_m = \sin^2(\phi_g - \theta_0 + \theta_m \sin \omega_m t) \quad (6)$$

となる。ここで、 θ_0 はフィードバック電流により発生する補償成分である。先ほどと同様な手順で式(6)を展開すると、変調周波数成分 $\sin \omega_m t$ の振幅 I_ω は次式のようになる。

$$I_\omega = J_1(2\theta_m) \sin 2(\phi_g - \theta_0) \quad (7)$$

式(7)から、この信号を0にするように($\theta_0 = \phi_g$)、ファラ

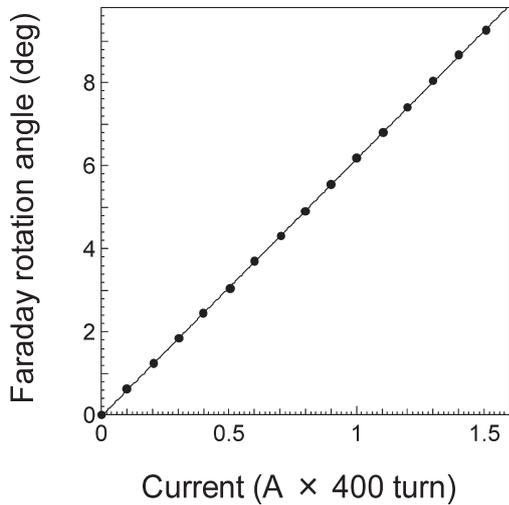


Fig. 2 Modulation characteristics of fiber Faraday rotator for direct current.

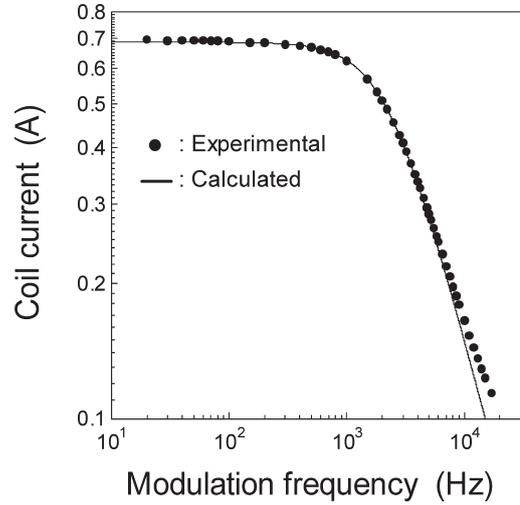


Fig. 3 Frequency response of fiber Faraday rotator for AC current.

デー変調器に負帰還する。帰還用のファラデー変調器の電流と回転角 θ_0 の関係をあらかじめ校正しておく、電流値から旋光角 ϕ_g を直接求めることができる。

3. 鉛ガラスファイバーファラデー偏光変調器

今回新たに作製したファラデー変調器は、前回同様に、アクリル製リングを使ったトロイダル型となっている⁸⁾。アクリル製リングの外径は 50 mm で、リング内部に設けられた幅 4.0 mm、深さ 4.0 mm の溝に長さ 2.0 m の鉛ガラスファイバー (HOYA LBF-85) が 13 回巻かれている。このリングに変調用と補償用の 2 つのコイルを銅線 (直径 0.71 mm) で巻きつけた。今回の変調器は、グルコースセンサーで使用したもの (変調用コイル 1186 巻、補償用 20 巻) より小型にして、変調電流による発熱や周波数特性を改善するために変調用コイル巻き数を大幅に少なくした。また、零位法による測定範囲を広げるために、多くの補償用コイルを巻いた。これにより、変調用には比較的少ない電流値で十分な変調度が得られるように銅線を 400 回巻き、補償用には 50 回巻いた。結果的に、全体のコイル巻き数を前回の 3 分の 1 程度にして小型、軽量化した。変調器に使用した鉛ガラスファイバーの仕様は、コア径 5.5 μm 、クラッド径 125 μm 、伝送損失 2.0 dB/m 以下、光弾性定数 $0.01 \times 10^{12}/\text{Pa}$ 、ベルデ定数 1.5×10^{-5} rad/A \cdot turn であり、石英ファイバーに比べて光弾性定数が数百分の 1 程度、ベルデ定数が約 6 倍の大きさである。さらに、鉛ガラスはベルデ定数の温度依存性が小さいため、温度変化による変調特性の変化が小さく安定した動作が可能である^{10,11)}。このような特性をもつため、曲げなどにより誘起される複屈折が非常に小さくなるので、直線偏光を高い消光比を保って

伝送でき、小電流で大きな偏光面の回転が得られるなど、光ファイバー型ファラデー変調器を作製するうえで非常に有効である⁹⁻¹¹⁾。作製した鉛ガラスファイバー偏光変調器の直流電流に対する変調特性を調べるため、変調用コイル (400 巻) に電流を流した場合の偏光面の回転角を測定した。結果を Fig. 2 に示す。1.5 A の直流電流に対して約 9.5° の回転角が得られた。変調度が 6° 程度の場合には、変調に必要な電流も 1 A 以下に抑えられるため発熱も小さくでき、コイル巻き数が少なく全体を小さくしたため冷却の効率も向上した。これにより、長時間の使用においても温度上昇が少なく安定した動作が可能となる。次に、変調用コイルに交流信号を加えたときに流れる電流を測定することにより、変調周波数特性を測定した。結果を Fig. 3 に示す。実線は得られたデータから計算した抵抗、インダクタンスの値を使って計算したものである。変調電流が半減する値で約 4.0 kHz を得た。これは以前の変調器に比べて約 5 倍の値であり、変調用コイル巻き数を減らすことにより周波数特性を大幅に改善できた。また、変調用コイルの直流抵抗は約 2.19 Ω となり、前回よりも半減した。

4. 旋光計

Fig. 4 に旋光計の構成を示す。光源には、レンズ表面などの反射による干渉の影響を避けるために、中心波長 830 nm、出力 5 mW のスーパーluminescentダイオード (SLD、浜松フォトニクス製 L8414-04) を使用した。出射光をレンズ L1 でコリメートした後に、消光比 $10^5 : 1$ のグラントムソン偏光子を透過させて再びレンズ L2 で集光後、鉛ガラスファイバー変調器に導波させた。変調信号は、信号発生器 (SG) と電流増幅器 (Ap1) により生成さ

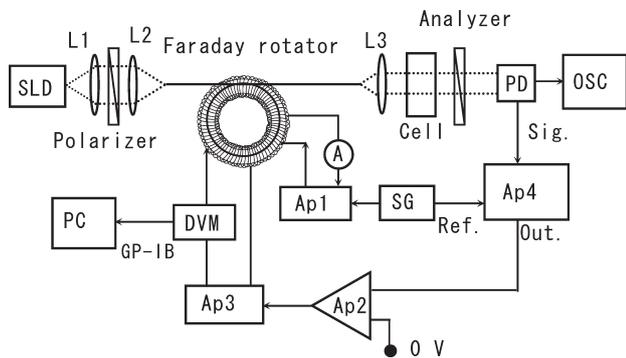


Fig. 4 Schematic diagram for polarimeter. SLD, super luminescent diode; Ap's, amplifiers; L's, lenses; PD, photo-detector; OSC, oscilloscope; SG, signal generator; PC, personal computer; DVM, digital voltmeter.

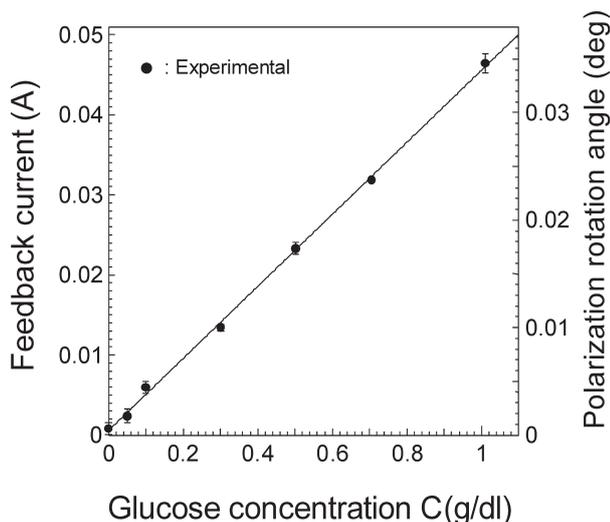


Fig. 5 Dependence of feedback current and obtained optical rotation angle on glucose concentration up to 0-1 $\text{g}\cdot\text{dl}^{-1}$.

れ、変調用コイル (AC coil) に供給される。偏光変調器からの出射光は、透過長 10 mm の石英セルとグラントムソン検光子 (消光比 $10^5 : 1$) を透過した後フォトダイオード (PD) で受光する。検光子の透過偏光方位は偏光子の方位と直交させる。検光子の方位は 0.02° で、微調整が可能である。ロックインアンプ (Ap4) を用いて PD 出力中の変調周波数成分を検出し、その出力を差動増幅器 (Ap2) と直流電流増幅器 (Ap3) を介して補償用コイル (DC coil) へとフィードバックした。測定は試料を挿入したときに流れるフィードバック電流をデジタル電圧計 (DVM) により測定し、測定値は GP-IB を介して PC へと取り込んだ。今回は汎用の旋光計を開発することが目的であるが、入手の容易さや、濃度を変えることで容易に旋光角を調整できることから、市販の D-グルコース粉末を蒸留水に溶かして作製したグルコース溶液を試料として使用した。グ

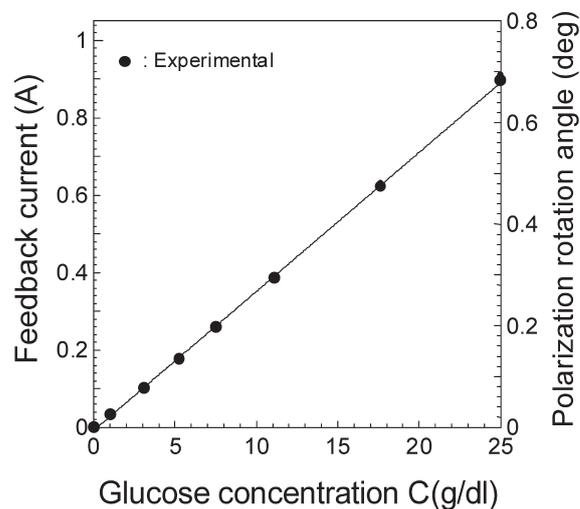


Fig. 6 Dependence of feedback current and obtained optical rotation angle on glucose concentration up to 0-25 $\text{g}\cdot\text{dl}^{-1}$.

ルコース濃度は、グルコース、蒸留水の質量をそれぞれ電子秤により 0.01 g の精度で測定し計算した。グルコース溶液に対する旋光角測定により本旋光計の特性を評価した後に、実用的な観点から市販の日本酒や清涼飲料水を試料として用い、それらの旋光角測定も同時に行った。

右旋光を示すグルコース溶液をおもな試料として用いて測定をまず行ったが、旋光の符号の測定も重要である。この場合、ロックインアンプの出力を乗算器 (PSD) の COS 成分の信号としてフィードバックした。このため、検光子を左右に回転させて流れるフィードバック電流値を測定することにより、旋光角の符号まで求める実験を行った。

5. 実験結果

Fig. 5 に、グルコース濃度 $0\sim 1.0\text{ g}\cdot\text{dl}^{-1}$ の試料に対する測定結果を示す。測定は同一試料に対して 20 回行い、その平均値を求めた。エラーバーは、測定値の最大値と最小値を示している。実験では、変調周波数 $f_m = 1.0\text{ kHz}$ 、ロックインアンプの時定数 1.25 s とした。変調用コイル電流約 1.0 A を加えて、約 6° だけ偏光方位を変調した。結果をみると、グルコース濃度に対して高い線形性が得られている。グラフから、エラーバーを考慮したグルコース濃度の分解能として約 $0.025\text{ g}\cdot\text{dl}^{-1}$ を得た。同様に、高グルコース濃度の試料に対する特性を調べるために $0\sim 25\text{ g}\cdot\text{dl}^{-1}$ の試料を作製し測定した。結果を Fig. 6 に示す。低濃度の測定結果と同様に高い線形性が得られており、濃度 $25\text{ g}\cdot\text{dl}^{-1}$ の試料に対してフィードバック電流は約 900 mA 程度であった。グラフから、データのばらつきも小さく、測定再現性も高いことがわかった。この結果から、飽和濃度に近い $25\text{ g}\cdot\text{dl}^{-1}$ の濃度のグルコース溶液までの測定が、高

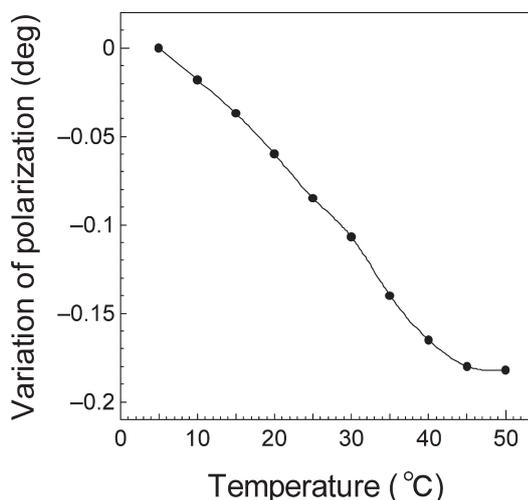


Fig. 7 Dependence of optical activity on temperature of glucose sample (11.1 g·dl⁻¹).

い再現性をもって可能であることが確かめられた。同様な測定を変調周波数 150 Hz として行ったが、今回の実験では、変調周波数による結果の差はみられなかった。また、変調電流のみによる変調器の温度には大きな変化はみられなかったが、フィードバック電流が大きくなる場合には、測定安定化のための冷却が必要になると考えられる。

次に、これらの結果について、フィードバック電流から旋光角を求めるために補償用コイルの電流-偏光回転角の関係式を測定した。その結果、ここで使用したフィードバック電流値とファラデー回転角の関係式は

$$\theta_F \text{ (deg)} = 0.777 I_{DC} \text{ (A)} - 0.002 \quad (8)$$

となった。ここで、 θ_F は補償用コイルによるファラデー回転角 (deg)、 I_{DC} はフィードバック電流値である。式 (8) の関係式を用いて計算した旋光角を Fig. 5, 6 のグラフ右側の軸に示した。この結果から、セル長 10 mm 中のグルコース溶液に対して旋光角分解能 $6.6 \times 10^{-4}^\circ$ 、旋光角測定範囲 0.7° を得た。次に、11.1 g·dl⁻¹ の濃度のグルコース水溶液を用いて旋光角の温度依存性を調べた。この場合は、電熱線ヒーターを用いて、セル中のグルコース水溶液を温めながら旋光角を測定した。旋光角は、検光子を手動で回転させて、消光する位置からその方位を直接求めた。結果を Fig. 7 に示す。この結果から、グルコース水溶液の場合、温度上昇に伴い旋光角が減少することがわかった。また、溶液の温度が 35°C 程度までの間は約 $0.0047^\circ/\text{C}$ の割合で旋光角が減少している。このことから、グルコース水溶液のような試料に対しては、より高精度の旋光角測定には試料の温度管理も重要になると考えられる。

また、Table 1 に、甘み表示の異なる 2 種類の日本酒と

Table 1 Measured optical rotation angle for sake.

	Polarization rotation angle (deg)
Sake 1 (sweet)	0.153
Sake 2 (dry)	0.115
Juice	0.045

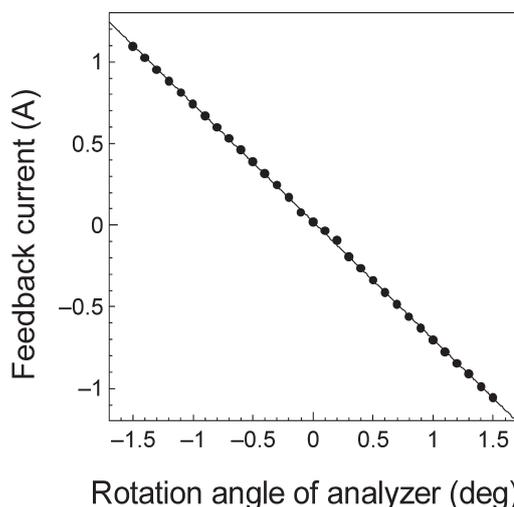


Fig. 8 Measurement of right and left optical rotatory samples for DC coil current of Faraday rotator angle.

清涼飲料水を試料として、グルコース溶液と同様な測定を行った結果を示す。甘口と表示された日本酒 Sake 1 (sweet) のほうが辛口 Sake 2 (dry) よりも旋光角が大きかった。これは日本酒の場合、甘みに関する成分のうちではブドウ糖 (グルコース) が支配的となるため、このような結果になったと考えられる。また、日本酒には光学活性物質としてグルコースのみ含まれているわけではないが、その成分の濃度が低く旋光角に寄与する割合が小さいので、旋光角によって甘みを選別できたと考えられる¹²⁾。

清涼飲料水に対する測定結果に対しては旋光角 0.045° となった。この理由としては、試料として用いた清涼飲料水には右旋光性のグルコースだけでなく、アミノ酸などの左旋光成分が多く含まれているためであると考えられる。いままでの実験では、試料として右旋光性であるグルコース溶液のみを測定してきたが、旋光計としては左旋光性も測定できることが必要である。そこで、検光子を左右に回転させた際に補償用コイルに流れるフィードバック電流を極性も含めて測定した。結果を Fig. 8 に示す。検光子を左右に回転させた旋光性の模擬実験ではあるが、相関係数 0.9999 と非常に高い線形性のある結果を得ることができた。したがって、ロックインアンプの出力を切り替えることにより、右旋光の測定だけでなく、左旋光の測定も可能であることを確認できた。

6. ま と め

本研究では、鉛ガラスファイバーのもつ低い光弾性定数と、高ベルデ定数という利点を生かした単純な構成の偏光変調器を作製し、これを用いた旋光計を開発した。偏光変調器は、旋光角測定範囲に応じて補償用コイルの巻き数を変えて、フィードバック電流の大きさを簡単にコントロールできるという特徴を有している。加えて、取り扱いが容易で安価である。ポッケルスセルなどのバルク型変調器に比べて変調周波数が大きくとれないという欠点もあるが、今回使用した変調周波数の範囲では、特に測定には影響はみられなかった。旋光計の実験結果から、グルコースと蒸留水からなる試料に対して、零位法測定を用いて旋光角の分解能 $6.6 \times 10^{-4}^\circ$ (濃度 $0.025 \text{ g} \cdot \text{dl}^{-1}$)、測定範囲も飽和水溶液付近の濃度に対して 0.7° ($25 \text{ g} \cdot \text{dl}^{-1}$) まで測定が可能となった。

これは以前の変調器を用いたものに比べて、零位法による結果では測定の安定性に加えて、分解能、測定範囲ともに大きく改善されている⁸⁾。また、現在市販されている日本酒の甘み判別や旋光の符号の測定も可能であることを示した。測定範囲においては、試料として用いたグルコースの飽和濃度により旋光角 0.7° までを測定したが、直流アンプの出力範囲を考えると、現状の装置で約 2° まで測定が可能である。測定範囲は、補償用コイル巻き数を変えることで拡大することも可能であるが、現状でも試料の透過長を短くすれば、比旋光度の大きな試料にも対応できる。また、鉛ガラスファイバーへの光カップリング効率の変動が測定に影響を及ぼすため、これを安定化するために光源と偏光子、レンズ部分のモジュール化が必要である。また、長時間の測定安定性のためには、変調器の温度コントロー

ルも必要となると考えられる。さらに、多波長に対する旋光角の変化を測定すれば、旋光分散が物質によって異なることを利用して多成分測定が可能となる。

文 献

- 1) B. Cameron and G. Coté: "Noninvasive glucose sensing utilizing a digital closed-loop polarimetric approach," *IEEE Trans. Biomed. Eng.*, **44** (1997) 1221-1227.
- 2) G. Coté and B. Cameron: "Noninvasive polarimetric measurement of glucose in cell culture media," *J. Biomed. Opt.*, **2** (1997) 275-281.
- 3) T. King, G. Coté, R. McNichols and M. Goetz: "Multi-spectral polarimetric glucose detection using a single Pockels cell," *Opt. Eng.*, **33** (1994) 2746-2753.
- 4) C. Chou, C. Han, W. Kuo, Y. Huang, C. Feng and J. Shyu: "Noninvasive glucose monitoring in vivo with an optical heterodyne polarimeter," *Appl. Opt.*, **37** (1998) 3553-3557.
- 5) T. Mitsui and K. Sakurai: "Microdegree azimuth polarimeter using optical heterodyne detection," *Jpn. J. Appl. Phys.*, **35** (1996) 4844-4847.
- 6) 田村 守: "無侵襲血糖値測定法の現状と課題", *光学*, **33** (2004) 380-386.
- 7) 三井隆久: "懸濁液における分散媒の旋光度計測", *光学*, **33** (2004) 387-391.
- 8) M. Yokota, Y. Sato, I. Yamaguchi, T. Kenmochi and T. Yoshino: "A compact polarimetric glucose sensor using a high-performance fibre-optic Faraday rotator," *Meas. Sci. Technol.*, **15** (2004) 143-147.
- 9) T. Findakly: "Single-mode fiber isolator in toroidal configuration," *Appl. Opt.*, **20** (1981) 3989-3990.
- 10) K. Kurosawa, S. Yoshida and K. Sakamoto: "Polarization properties of the flint glass fiber," *J. Lightwave Technol.*, **13** (1995) 1378-1384.
- 11) K. Kurosawa, S. Yoshida, K. Sakamoto, I. Masuda and T. Yamashita: "A current sensor using the Faraday effect in optical fiber manufactured from flint glass," *Electr. Eng. Jpn.*, **118** (1997) 22-38.
- 12) 若井芳則: "近赤外分光分析法とその清酒製造への利用", *醸協*, **87** (1992) 492-496.