

1.7 μm 帯 広帯域光源とその応用

1.7 μm-broad band light source and its application.

小野 純 Jun Ono, 森 浩 Hiroshi Mori, 下瀬佳治 Yoshiharu Shimose, 鈴木徹也 Tetsuya Suzuki,
山田敦史 Atsushi Yamada, 三瀬一明 Kazuaki Mise, 長島靖明 Yasuaki Nagashima

[要 旨]

1.7 μm 帯は水による光の吸収損失が少なく、この波長域には炭素・水素(C-H)結合基に起因する吸光ピークが多数存在するため、水溶液中に含有する有機溶剤などの特性評価に適している^{1) 2)}。筆者らは、大阪府立大学と共に当社製 1.2 μm-励起モジュールを搭載した Tm³⁺-ドープ光ファイバアンプにより構成される 1.7 μm 帯 ASE 光源³⁾の開発を進めてきた。本報告では、1.7 μm 帯 ASE 光源に 1.65 μm 帯 SLD モジュールを合成して光出力の向上を図った広帯域光源に関して解説するとともに、その応用例として本光源を用いた近赤外分光評価系による日本酒のアルコール度数評価の可能性について述べる。

1 まえがき

当社の光デバイス開発グループは、エルビウム・ドープ・光ファイバアンプ(EDFA)励起用の高出力 1.48 μm 半導体レーザ(LD)を主力商品として、数々のお客さまにおける高速光伝送事業の拡張に貢献している。また光センシング用途として近赤外の波長領域における分布帰還形半導体レーザ(DBF-LD : Distributed Feed-Back Laser Diode)の開発とその応用分野の調査研究、さらには可干渉性が低く光ファイバとの光学結合に優れたスーパールミネッセントダイオード(SLD: Super Luminescent Diode)の長波長化など、今後拡大が期待される近赤外分光用発光素子の研究開発にも積極的に取り組んでいる。

LD を用いた近赤外分光分析は古くから行われており⁴⁾、当社においても 1.65 μm 帯 DFB-LD を用いたメタンガス検知器の開発^{5) 6)}を進めてきた。1.7~1.8 μm の波長域は、測定環境に介在する水分子による光吸収が少なく、一般に「光の窓」として知られている。測定は気体のみならず、透明ガラス容器中の水溶液に溶解している有機物質の同定を行うことも可能である。

筆者らは 1.2 μm FBG(Fiber Bragg Grating)LD モジュールを励起光とする Tm³⁺(ツリウム)ドープ・光ファイバアンプ(TDFA)から生成される自然放出光(ASE)を用いて、イソプロピルアルコールおよびジメチルスルホキシド等の有機溶剤保有溶液やコレステロールの溶剤濃度測定を行い、長波長広帯域光源の有用性について検証してきた。^{7)~13)}

しかし測定精度の向上には高出力化が必須課題であり、上述の広帯域光源に 1.65 μm 帯 SLD モジュールのブロードな光波形と光出力を合成することにより光強度の増強を図ることにした。

本報告では、1.7 μm 帯広帯域光源の構成と特性について紹介

するとともに、分光評価系を接続して日本酒類のアルコール濃度評価を試みた。

2 1.7 μm 帯広帯域光源

2.1 構成

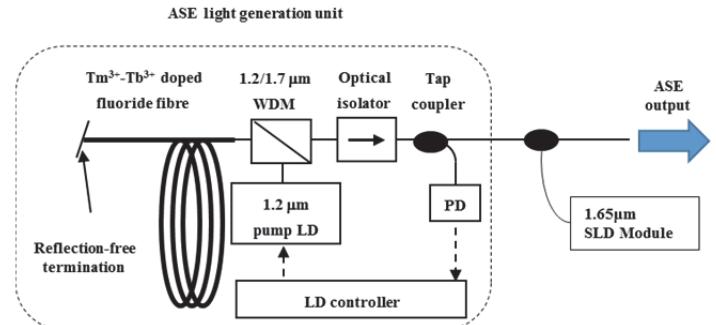


図 1 1.7 μm 帯広帯域光源

図 1 に 1.7 μm 帯広帯域光源の構成を示す。Tm³⁺-ドープ光ファイバアンプを用いた ASE(Amplified Spontaneous Emission)光源と 1.65 μm-SLD モジュールからなる。TDFA は、Tm³⁺添加フッ化物ファイバ、1.2 μm 帯励起 LD モジュール、1.2 μm/1.7 μm 帯 WDM カプラ、光アイソレータにより構成される。ここで Tm³⁺添加ファイバの比屈折率差、カットオフ波長、Tm³⁺添加濃度、ファイバ長は、それぞれ 1.6%、1 μm、6000 ppm、1 m である。

2.2 1.2 μm 帯励起 LD モジュール

後述する 1.65 μm SLD モジュールと同様に 14pin バタフライ・パッケージを採用した。なお主要構造に関しては、次節にて述べる。LD 素子 FFP(Far-Field pattern)は、水平垂直方向共に 20°程度でビーム形状は、ほぼ円形である。また高屈折率の非球面一枚レンズを採用することで、光ファイバとの結合効率 80%を得た。LD 素子は基準動作温度として規定した 25°C 一定に保持するために、サーミスタ抵抗および電子冷却素子(TEC : Thermo Electric

Cooler)にて精密温度制御されている。また LD 出力モニタ用のフォトダイオード(PD)が LD 後方に設置されている。

本モジュールに接続されているシングルモード光ファイバ(以下, 光ファイバ)には、要求される波長に応じた FBG が設けられ、AR コーティングにより出射端面の低反射化された LD と数%の反射率を備える FBG 間でレーザ発振する外部共振器構造になっている。発振波長は、動作範囲において $1.24 \mu\text{m}$ 一定であり、同一波長にて光出力を可変できる。なお光ファイバ出力として最大 120 mW が得られた。

2.3 $1.65 \mu\text{m}$ SLD モジュール

図 2 に $1.65 \mu\text{m}$ SLD モジュールの外形写真を示す。 $1.2 \mu\text{m}$ LD モジュールと同様 14pin バタフライパッケージを採用した。パッケージ内部には乾燥窒素ガスが充填されており、シーム溶接等で気密封止されているため、素子の安定動作が保たれる。¹³⁾

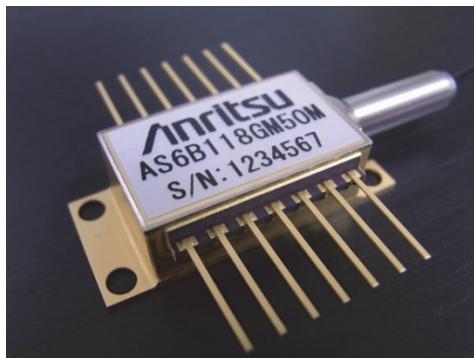


図 2 $1.65 \mu\text{m}$ SLD モジュール外形

モジュールの信頼性は、Tecordia GR468-CORE に基づき厳しく管理されている。

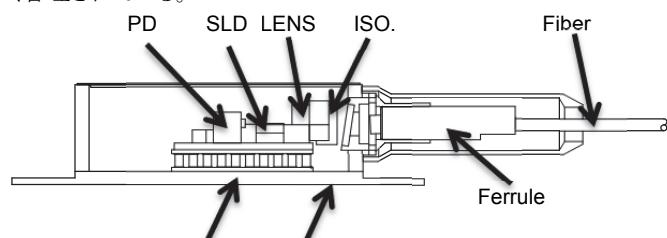


図 3 モジュール断面構造¹⁴⁾

図 3 にモジュール断面構造を示す。LD, PD, サーミスタは基板上の所定の位置に鉛フリーはんだで固定されている。また基板は、同様にパッケージに固定された TEC (電子冷却素子: Thermo-Electric Cooler) 上に配置される。

図 4 にパッケージ自動組立装置、図 5 に光ファイバ溶接固定装置を示す。集光用の非球面レンズと光アイソレータ(ISO.:反射減衰量:30 dB)はあらかじめレーザ溶接にて一体化し、調芯とレーザ

溶接により所定の位置に固定される。ISO.からの射出光は、反射の影響を抑制するために、入射端面を斜め 8 度に研磨した光ファイバに集光され、フェルール部分がパッケージにレーザ溶接で固定される。光ファイバへの結合効率は約 70%が得られている。SLD のスポットは、LD に比べて、やや扁平なため、 $1.2 \mu\text{m}$ 帯励起 LD モジュールに比べて結合効率はやや劣る。また SLD 素子温度は、サーミスタと TEC により、 25°C 一定に精密制御されている。



図 4 パッケージ自動組立装置



図 5 光ファイバ溶接固定装置

2.4 SLD チップ構造

図 6 に当社の長波長帯($1.3 \sim 1.65 \mu\text{m}$)SLD 導波路構造の概略を示す。基板は n-InP, 活性層は InGaAs/InGaAsP の歪み MQW(MultiQuantum Well)構造である。¹⁵⁾

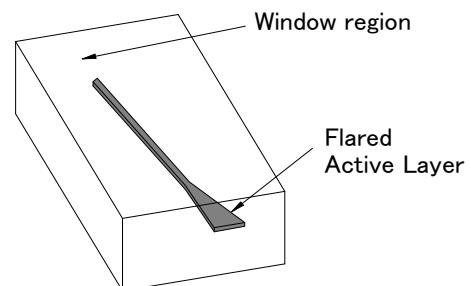


図 6 SLD 導波路領域のモデル図¹⁵⁾

活性層は、出力端(図の手前)に向けて横幅が広がるフレア型構造で、劈開で形成される出射端面に対して導波路がある角度(～8°)で交差する斜め導波路構造を採用している。

端面には反射率0.1%のARコートが施されているが、低反射率化という観点では不十分なため、反射戻り光が導波路へ結合しないように斜め導波路にするとともに、その効果をより強められるよう、導波光の水平方向スポットサイズが徐々に拡大していくフレア型を採用した。

また後方端での反射はスペクトル変調(リップル)の原因となって測定精度を劣化させるため、導波路端と後方端面との間に導波路が形成されていない「窓領域」を形成し、導波路端から放出される光が「窓領域」結晶内部で散乱しながら端面に達するため、端面からの反射光が一段と導波路への結合は抑制される。

なお、素子長や窓領域長は要求される特性に応じて最適化する必要がある。本報告で用いる1.65 μm SLDチップの高出力化を図るために量子井戸数を5層構造とした。しかし、同時に活性層への光閉じ込め効果が増強することで、リップルも大きくなるという問題が生じたため、窓領域長を500 μmとし、素子長に対して相対的に長くなっているのが本 SLD 素子の特長である。

3 出力特性

図7に1.7 μm帯広域光源を構成するTDFAのASEと今回新たに導入した1.65 μm-SLDモジュールの出力スペクトルを示す。ここでSLDモジュールは、注入電流400 mAにて駆動されている。また1.2 μm帯励起LDの出力は90 mWでTDFに対して後方励起にて入力される。

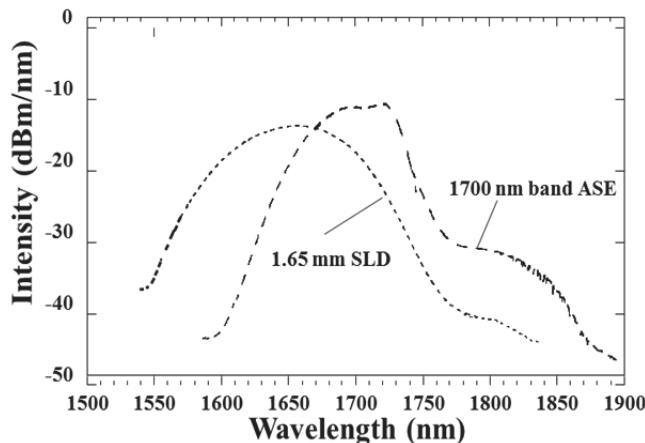


図7 1.7 μm 帯広域光源の出力スペクトル

同図より1.2 μm LD励起TDFAから発生するASE光は1.72 μm近傍にピークを持ち、長波長側にブロードな波形を示すが、短波長

側では急峻に光出力が低下している。1.65 μm-SLD モジュールを同時に発光させたカスケード・スペクトルを図9に示す。相互のスペクトルを補完するように1.72 μm近傍にピークを示し、その両側に肩部を備えるブロードな形状となる。光出力強度を-20 dBm/nmで規定した場合、約150 nmの広い波長帯域が得られることが分かった。

4 分光評価系

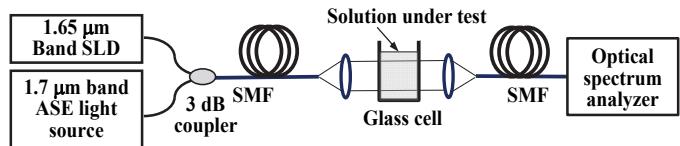


図8 分光評価系

図8に分光評価系を示す。ファイバコリメータ(ビーム径:約5 mm、結合効率:70%程度)間に設置した試料分析用ガラスセル(分析光学長:5 mm)と光スペクトラムアナライザ(測定可能波長範囲:1.2～2 μm)で構成される。

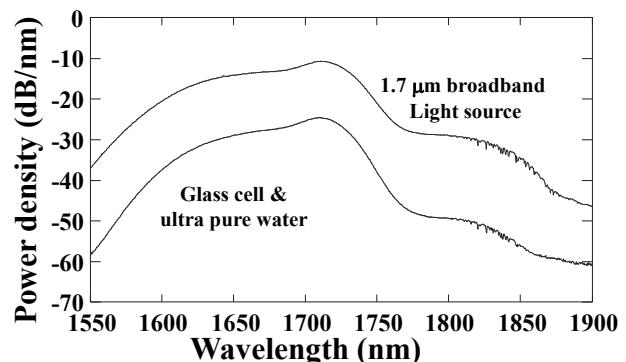


図9 ガラスセル透過スペクトル

図9に分光分析系のガラスセル透過スペクトル特性を示す。図8に示したコリメータファイバ間のガラスセルに超純水を入れた場合のスペクトル強度は約20 dBm/nm程度劣化するが、光源のスペクトル形状はほぼ一様に保たれる。

5 日本酒類のアルコール度数評価への応用

5.1 検量線

超純水が入ったガラスセルに99.99%エタノールを0.1から20 wt%まで変化させ、各エタノール濃度水溶液の出力スペクトルと図9に示した超純水のみの場合との差分を図10に示す。エタノール特有の吸収ピークは、1584.0, 1692.4, 1729.2, 1759.0, および1832.2 nmに存在することが分かった。

しかし日本酒中のアルコール濃度評価を行うには、アルコール以外の成分影響を排除することが必要であり、特定波長の吸収

ピーク値のみを用いる評価方法では誤差が生じやすく不向きと考えられる。そのため、二波長の吸収ピーク値の偏差によって検量線を作成することにした。

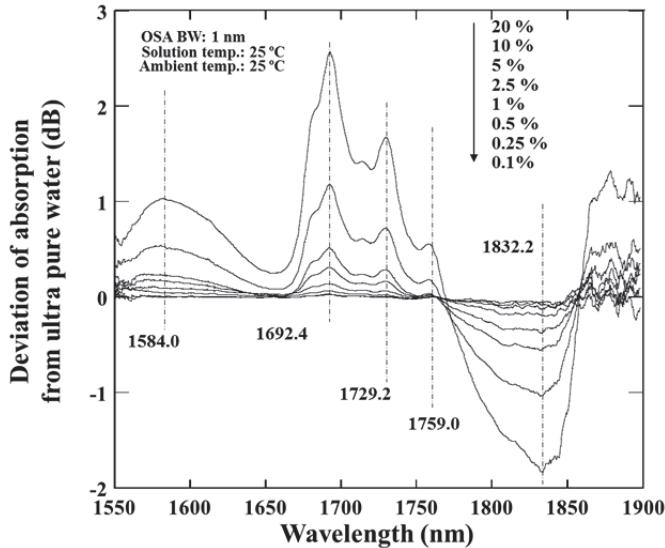


図 10 エタノール水溶液の光吸収特性

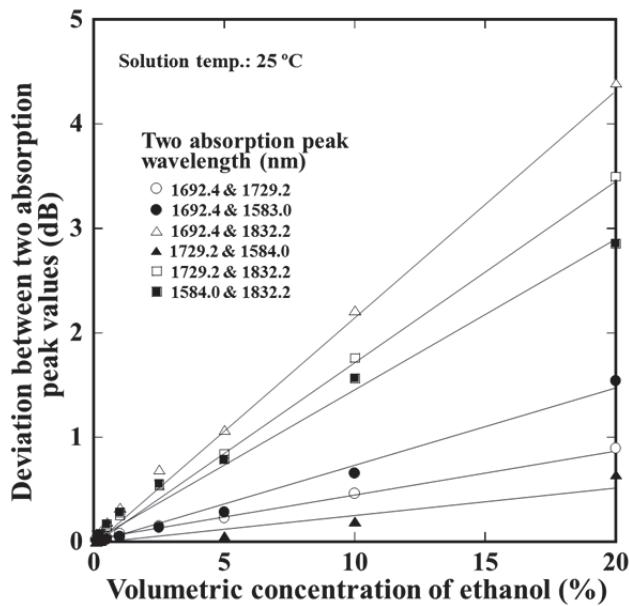


図 11 エタノール水溶液による検量線

図 11 は、エタノール特有の 4 波長を用いた 2 波長組み合わせ 8 種類の吸収ピークから得たエタノール水溶液によるアルコール濃度検量線である。実際の測定には、ピーク波形が鮮明で、良好な測定感度が得られる 1692.4, 1729.2 nm の組み合わせを検量線作成に用いることとした。なお測定感度は 21.9%/dB である。

5.2 日本酒のアルコール濃度測定

本光源を用いた分光評価系による日本酒のアルコール濃度測定を試みた。

図 12 に梅酒、本醸造酒、生酒、およびにごり酒の吸収スペクトルを示す。にごり酒は透過率が著しく悪く十分な光強度が得られないとため、遠心分離機により透明化処理を施した。

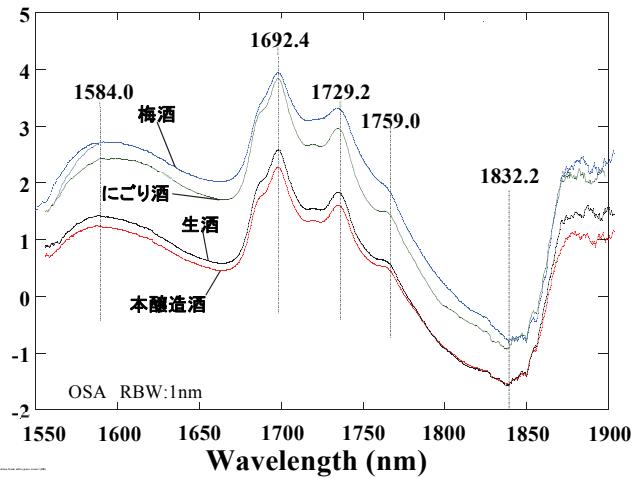


図 12 日本酒の光吸収特性

予想されたとおりに図 8 で求めたエタノール水溶液の光吸収特性に非常に良く類似した光スペクトル・パターンが得られた。

表 1 に、図 12 より求めた各酒の 1692.4, 1729.2 nm の吸収ピーク値の偏差と検量線から見積もった日本酒のアルコール濃度を示す。

表 1 日本酒のアルコール濃度

日本酒種類	吸収ピーク値偏差(dB)	ピーク差から見積もった濃度(%)	表示されている濃度(%)
梅酒	0.6328	13.86	12.5
本醸造	0.6791	14.87	15.6
生酒	0.7473	16.37	17.5
にごり酒	0.8754	19.17	18.7

ここで表示されている濃度とは、同一サンプルを酒造メーカが測定したアルコール濃度を示す。結果から、梅酒がメーカ測定値との差異が最も大きく、当社測定値はメーカ値に比べて +1.4%，にごり酒: +0.5%，本醸造: -0.7%，生酒: -1.1% であった。

6まとめ

1.2 μm FBG-LD モジュールを励起光とする Tm³⁺ドープ・光ファイバアンプから生成される ASE 光に 1.65 μm 帯 SLD を波長合成して、1.7 μm 帯の広帯域光源を試作した。

-20 dBm/nm にて規定した場合、150 nm の広い波長帯域が得られ、従来の ASE 光のみに比べて、短波長側に約 70 nm 拡張された。

本広帯域光源を用いた分光分析系により、エタノール濃度の検量線を求めて日本酒のアルコール濃度測定を試みたところ、メーカ測定値に比べて最大 1.4%以内の差異で測定可能であることが分かった。

また本波長帯は、市販の通信用シングルモード光ファイバが使えるため、安価な測定系を構築可能とともに、日本酒製造プロセスのオンライン・データを容易に取得する有用な手段である。

謝辞

本稿執筆にあたり終始ご指導いただきました大阪府立大学電気情報システム工学科・山田誠教授に心より御礼申し上げます。また貴重なご意見をいただきました同学応用化学工学科・遠藤達郎准教授に感謝致します。

参考文献

- 1) 尾崎, 河田(編著)「近赤外分光法」学会出版センター(1996)
- 2) Ebrahim-Zadeh et al., NATO Science for Peace and Security Series', Springer (2008)
- 3) M. Yamada, S. Aozasa and H. Ono, "Broadband ASE light source for the 1800 nm wavelength region," Electron. Lett., 48, (23), pp. 1489-1490, (2012)
- 4) 菊川, 木村, 鈴木, 森, 鮎島, "レーザ方式の遠隔型ガス検知器", アンリツテクニカル, No.82, pp.66-71, Mar., (2006)
- 5) 木村, 上江川, "安全・環境対策に貢献する携帯型レーザガス検知器", 計装, Vol.50, pp.86-91, (2007)
- 6) M.Feher,P.A.Martin, "Tunable diode laser monitoring of atmospheric trace gas constituents", Spectrochimica Acta Part A 51, pp.1579-1599, (1995)
- 7) 前田他, 平成 25 年電気関係学会関西支部連合大会, G8-6
- 8) Y. Maeda et al., Proc. OECC2014, TU6F
- 9) Y. Maeda, M. Yamada, T. Endo, K. Ohta, T. Tanaka, M. Ono, K. Senda, J. Ono and O. Koyama, "1700 nm ASE Light Source and its Application to Mid-Infrared Spectroscopy," Proc. OECC, paper TU6F, Melbourne, Australia, (2014)
- 10) M. Yamada, K. Senda, T. Tanaka, Y. Maeda, S. Aozasa, H. Ono, K. Ota, O. Koyama and J. Ono, "Tm³⁺-Tb³⁺-doped tunable fibre ring laser for the 1700 nm wavelength region," Electron. Lett., 49, (20), pp. 1287-1288, (2013)
- 11) M. Yamada, J. Ono, K. Mise, Y. Shimose, H. Mori, A. Yamada, K. Ota, K. Senda, Y. Maeda, O. Koyama and H. Ono, "1.8 μm broadband light source using a super luminescent diode," Electron. Lett., 50, (20), pp. 1468- 1470, (2014)
- 12) J.Ono, T.Endo, K.Ohta, H.Ono, Y.Maeda, K.Senda, O.Koyama and M.Yamada,"Broadband Light Source and Its Application to Near-Infrared Spectroscopy", Sensors and Materials, Vol.27, No.5, pp413-423, (2015)
- 13) 大森, 鮎島, 金谷, 三瀬, 小野, 中野, "広帯域インコヒーレント光源モジュール", 電子情報通信学会総合大会, C- 3- 12, (2003)
- 14) 山田, 吉田, 藤田, 森本, 尾松, "斜め窓構造を用いた 1.3 μm スーパールミネッセントダイオード", 信学会論文誌 C, J97-C(8), pp.308-316, (2014)

執筆者



小野 純
アンリツデバイス株式会社
マーケティング部



森 浩
デバイス開発センター
光デバイス開発部



下瀬佳治
デバイス開発センター
光デバイス開発部



鈴木徹也
デバイス開発センター
光デバイス開発部



山田敦史
デバイス開発センター
光デバイス開発部



三瀬一明
デバイス開発センター
光デバイス開発部



長島靖明
デバイス開発センター
光デバイス開発部

公知