### 電子情報科 科 長 下 村 義 昭

長崎県独自の非破壊計測手法である TFDRS 法(Three-Fiber-Based Diffuse Reflectance Spectroscopy)は光散乱や 複数成分等による吸収の影響を受けない特徴を有しており、食品の品質測定や生体の組成計測等その適応範囲は 非常に広い。しかし、試料表面と測定部との接触が十分ではない場合に表面から反射する光の影響を受けて大き な測定誤差が生じてしまう。そこで、本開発では TFDRS 法をベースに試料表面から反射する光と組成の情報を 持つ試料内部からの反射光を分離する測定手法を検討した。その結果、試料内部からの反射光は多重散乱を受け て偏光状態が解消され、偏光子を用いた方法により試料表面から反射する光と分離することが可能であることを 実験的に検証した。さらに、偏光子を用いた TFDRS 法ベースの非破壊計測手法によりもみ米でも実用的な測定 精度が得られることを確認した。

### 1. 緒 言

近赤外分光法<sup>[1]</sup>は1960年代に小麦粉の水分の測定方 法として米国で考案され、今日では果実を初めとする 食品の品質管理、さらには医療診断とその適用範囲は 広がり非破壊・非侵襲計測における重要な分析手法と なっている。これまでの近赤外分光法では試料からの 反射スペクトルを計測し、その2次微分値と成分濃度 を関連付ける検量線を多変量解析により作成して成分 濃度を定量してきた。こうした微分処理を行うには連 続したスペクトルデータが必要なためハロゲンランプ と分光器を備えた計測システムが要求される<sup>[2,3]</sup>。

一方、我々はこれまでに果実糖度の非破壊計測を目 的に空間分解分光法<sup>[4]</sup>をベースとした非破壊計測手法 を提案した<sup>[5,6]</sup>。1本の光照射ファイバーと2本の受光 ファイバーを基本構成とする本計測手法をTFDRS法 (<u>Three-Fiber-Based Diffuse Reflectance Spectroscopy</u>)と 呼ぶ<sup>[6]</sup>。

TFDRS法では、図1に示すように1本の光照射ファ イバーを用いて果実にレーザー光を照射する。果実に 照射されたレーザー光は果実内部で散乱と吸収を繰り 返し、その反射光の一部が2本の受光ファイバーで受 光される。受光した2つの反射光量 $i_{ref}$ 、 $i_{sig}$ から反射率  $R = i_{sig}$   $f_{ref}$ を算出し、下記式で表される相対吸光度比 yを求める<sup>[5]</sup>。

$$\gamma(\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3) = \frac{\ln(R(\lambda_3)) - \ln(R(\lambda_1))}{\ln(R(\lambda_2)) - \ln(R(\lambda_1))}$$
(1)



図1 TFDRS法の概略図。1本の光照射ファイバーを 用いて果実にレーザー光を照射し、反射光の一部が2 本の受光ファイバーで受光される。

ここで、 $R(\lambda_1)$ 、 $R(\lambda_2)$ 、 $R(\lambda_3)$ はレーザー光の波 長 $\lambda_1$ 、 $\lambda_2$ 、 $\lambda_3$ での反射率をそれぞれ表す。(1)式で 表される相対吸光度比  $\gamma$  は検出距離  $\rho$  や $\Delta$ の変化、あ るいは果実個々で異なる散乱係数による散乱光路長の 変化等に左右されない物理量で果実糖度との直線相関 を示す<sup>[5,6]</sup>。さらに、脂肪、水分、たんぱく等の光吸 収に起因する複数因子 $C_k$ (k=1…m)が含まれる穀物や 生体では、複数の相対吸光度比  $\gamma_k$ (k=1…n, n $\geq$ m)を 用いた下記の(2)式により、



各組成C<sub>k</sub>を同時に計測することができる<sup>[7]</sup>。

これらの特徴を有するTFDRS法を用いることによ り、半導体レーザーや発光ダイオード等の離散スペク トル光源を用いた果実や穀物などの食品の品質や生体 組成等の非破壊・非侵襲計測が可能となる<sup>[5, 8]</sup>。図2は TFDRS法をベースに商品化に成功した携帯型糖度計 を示す。本装置では、光源に近赤外領域の発光ダイオー ドを使用し、重量200g(電池重量含む)と世界最軽量を 実現している。また、TFDRS法を用いることで、こ れまでの品種毎や収穫時期に応じた検量線の更新作業 が不要となった他、太陽光などの影響を補正する外乱 光補正機能を搭載することで、屋外での使用が可能と なった。

しかし、TFDRS法では測定誤差の原因となる試料 表面から直接反射する光の影響を防ぐために光を照射 する測定部を試料に必ず接触させる必要がある。この ため、既に商品化した携帯型糖度計を自動搬送の選果 ラインに適用する場合、果実と測定部の接触状態を常 に監視・調整する必要がある。また、穀物等、他の食 品や生体の組成計測でも試料表面の凹凸が大きく測定 部との接触が十分ではない場合にも表面から直接反射 する光の影響を受けて大きな測定誤差が生じてしまう。

そこで、本開発ではTFDRS法をベースに試料表面 から直接反射する光と試料組成の情報を持つ内部から の反射光を分離する測定手法を検討した。

#### 2. 研究内容と結果

### 2.1 偏光解消を利用した非破壊計測手法

試料表面からの反射光と組成の情報を持つ試料内部 からの反射光を分離する手法の概要を図3に示す。水 平方向( $/\!\!/$ )に偏光した入射光 $I^{0}_{\prime}$ は試料表面からの 反射光 $I^{i}_{\prime\prime}$ と多重散乱の影響をうけた試料内部からの 反射光 $I^{i}_{\prime\prime}$ と多重散乱の影響をうけた試料内部からの 反射光 $I^{i}_{\prime\prime}$ は入射光と同じ水平方向に偏光しているた め、水平方向( $/\!\!/$ )の偏光成分をブロックするように 配置された偏光子( $\perp$ )により試料表面からの反射光 $I^{i}_{\prime\prime}$ はブロックされる。一方、内部反射光 $I^{i}$ は多重散乱 により偏光状態が解消され、垂直方向の偏光成分 $I^{i}_{\perp}$ のみが偏光子を透過して検出される。しかしながら、 TFDRS法をベースに偏光子を透過した内部反射光 $I^{i}_{\perp}$ のみを用いた非破壊計測を実現するには、内部反射光 の偏光状態が完全に解消された条件( $I^{i}_{\perp}=I^{i}_{\prime\prime}$ )が必要 となる。

図4に偏光状態を評価する分光ポラリメータ(Poxispectra、東京インスツルメンツ社製)の概略図を示す。



図2 TFDRS法をベースに商品化した携帯型糖度計。 光源に発光ダイオードを使用し、重量200gと世界最軽 量を実現した。



図3 偏向解消を利用した非破壊計測手法。入射光と 同じ偏向方向の表面反射光は偏光子でブロックされ る。一方、偏光解消した内部からの反射光は一部が偏 光子を透過して検出される。



図4 ストークスポラリメータの概略図。白色光源からの光を偏光子と1/4波長板で特定の偏光状態にして 試料に照射する。試料からの透過光を再び1/4波長板 と偏光子を介して分光器で検出してストークスベクト ルの波長依存を測定する。

キセノン光源(HPX2000、オーシャンオプティクス社 製)からの光を偏光子と1/4波長板で特定の偏光状態に して試料に照射し、試料からの透過光を再び1/4波長 板と偏光子を介して分光器(Blackcomet型、ステラネッ ト社製)で検出する。1/4波長板と偏光子を光軸周りに 任意の角度で回転させることによりストークスベクト ルS<sup>[9]</sup>を測定することができる。ストークスベクトルS は4つの成分(*I*, *Q*, *U*, *V*)で表され、*I*は入射光の強度、 *Q*は水平と垂直の直線偏光成分の差、*U*は±45度方向 の直線偏光成分の差、*V*は右周りと左回りの円偏光成 分の差をそれぞれ表す。偏光状態の解消状態は下記式 で定義される偏光解消度*DDP*で定量化され、完全に偏 光解消された場合に*DDP*は1となる<sup>[9]</sup>。

$$DDP = 1 - \frac{\sqrt{Q^2 + U^2 + V^2}}{I}$$
(3)

図5に入射光を直線偏光とした場合の多重散乱による偏光解消度*DDP*を測定した結果を示す。ここでは、 粒径600 nmのポリスチレン溶液を3種類のセル長L(1 mm, 2 mm, 4 mm)と2種類の濃度(0.15 wt%, 0.25 wt%)で400~700 nmの波長範囲で測定した。横軸に示した 等価散乱係数 $\mu_{s}$ (mm<sup>-1</sup>)×セル長L(mm)の増加に伴 い、偏光解消度DDPは1に近づき、入射光の偏光状態 が完全に無偏光状態になっている。

以上の結果から、果実や生体等の測定では等価散乱 係数µ。に応じて十分な検出距離を設定することで試 料内部からの反射光の偏光状態を完全に無偏光な状態 にすることができる。これにより、図3に示した偏光 子を用いた手法により試料表面から反射する光と試料 組成の情報を持つ試料内部からの反射光を分離した非 破壊計測が可能となる。

#### 2.2 偏光子を用いた検証実験

図6にTFDRSをベースとした反射率の計測システ ムを示す<sup>[6]</sup>。光源に繰り返し周波数5 kHz,パルス幅 100 ns以下、平均出力約60 mWの電子制御波長可変Ti: sapphireレーザーを用いた。レーザーの発振波長域は 750~1060 nm(スペクトル幅1 nm以下)で、音響光学 波長変換フィルター(Acousto-Optical Tunable Filter: AOTF)を用いることでレーザー光の波長・出力を機 械的な駆動部無しで電子的に制御することができる。 図中に示した検出プローブの中心に配置した光照射 ファイバーを介してレーザー光を試料に照射し、一部 試料からの反射光を検出プローブ中心から所定の半径 の2つの円周上に配置した16本の受光ファイバーで受 光した。半径毎8本の受光ファイバーで集めた各反射 光 $i_{ref}$ ,  $i_{sig}$  をそれぞれのInGaAs PINフォトダイオード で検出し、プリアンプで増幅した。この検出信号を 2位相のロックインアンプで検出し、16 bitのAD変換 ボードでサンプリング(5 ksps)した。入射光の波長を 750 ~ 1060 nm の範囲を1 nmステップで掃引し、各波 長の反射率  $R = i_{sig} / i_{ref}$  を50 msの時間間隔で平均した。



図5 ポリスチレン溶液を透過した光の偏向解消度。 散乱係数µ<sub>s</sub>と光路長Lの積の増加に伴い偏光解消度 は1に近づく。



図6 TFDRS法をベースとした測定装置の概略図。光 源に波長域750~ 1060nmの波長可変Ti: sapphireレー ザーを使用した。検出プローブの中心に配置した光照 射ファイバーからレーザー光を試料に照射し、光照射 ファイバーを中心とした2つの円周上に配置した受光 ファイバーで反射光を受光する。

図7は図6に示した手法により測定した(a)白米と(b) もみ殻付の米(以下もみ米)の反射スペクトルを示す。 図中の複数の反射スペクトルは同一サンプルを撹拌し て複数回測定した結果である。白米ではサンプルの撹 拌を行っても同じ形状の反射スペクトルを示している が、もみ米では著しく反射スペクトルの形状に違いが 生じている。これはもみ米では白米に比べて粒径が大 きく、図8に示すように凹凸の大きな試料表面から反 射する光の影響を受けたと考えられる。

図9に偏光子の無し(a)と有り(b)で同一サンプルを 攪拌して複数回測定したもみ米の反射スペクトルを示 す。偏光子には図10に示したワイヤグリッド偏光フィ ルム(WGF、旭化成イーマテリアルズ社製)を用いた。 本偏光フィルムは樹脂を基材にAlのワイヤグリッド面 が形成されており、可視から赤外までの広い波長範囲 で使用できる。偏光子を用いることにより図9(a)に見 られる反射スペクトルの形状の著しい乱れが低減され ている。これは試料内部からの反射光が多重散乱を受 けて偏光状態が解消されたことにより、偏光子を用い た方法により試料表面から直接反射する光と分離で きたことを示している。図11は図9に示したもみ米の 反射スペクトルから式(2)によって推定したもみ米の 水分量とたんぱく質量を示す。偏光子が無い場合に は、水分量で±8.5wt%、たんぱく質量で±4.8wt%の 推定値のばらつき(平均値)が生じている。一方、偏光 子により表面からの反射光の影響を低減することで水 分量、たんぱく質量の推定値のばらつき(平均値)は± 0.4wt%まで低減されほぼ実測値と同じ値が得られて いる。以上のことから、偏光子を用いたTFDRS法ベー スの非破壊計測手法によりもみ米でも実用的な測定精 度が得られることが検証された。



図7 (a) 白米と(b) もみ米の反射スペクトル。白米、も み米とも同一のサンプルを攪拌して複数回測定した。



図8 もみ米表面からの反射光。この表面反射光が受 光ファイバーで検出されてもみ米の反射スペクトルに 乱れが生じてしまう。



図9 (a) 偏光子無し、(b) 偏光子有りでそれぞれ測定 したもみ米の反射スペクトル。同一サンプルを攪拌し て複数回測定した。偏光子を用いることにより図9(a) に見られる反射スペクトルの形状の著しい乱れが低減 されている。

## 3. 結 言

本開発ではTFDRS法をベースに試料表面から直接 反射する光と組成の情報を持つ試料内部からの反射光 を分離する測定手法を検討した。その結果、試料内部 からの反射光は多重散乱を受けて偏光状態が解消さ れ、偏光素子を用いた方法により試料表面から直接反 射する光と分離することが可能であることを実験的に 検証した。さらに、偏光子を用いたTFDRS法ベース の非破壊計測手法によりもみ米でも実用的な測定精度 が得られることを確認した。

# 参考文献

- [1]尾崎幸洋,河田聡編:日本分光学会測定法シリーズ32 近赤外分光法(学会出版センター,東京,1996).
- [2] S. Saranwong, J. Sornsrivichai, and S. Kawano: J. Near Infrared Spectrosc. 11 (2003) 175.
- [3]森本進:非破壊計測シンポジウム講演要旨, 19 (2003) p. 31.
- [4] M. G. Nichols, E. L. Hull, and T. H. Foster: Appl. Opt. 36 (1997) 93.
- [5]下村義昭,岡田龍雄:レーザー研究 33(2005) 620.
- [6]下村義昭:レーザー研究 39(2011) 233.
- [7] Y. Shimomura, S. Miki, T. Tajiri, and H. Tanaka:Proc. of IEEE/LEOS Annual Meeting, 274-275 (2009).
- [8]下村義昭,田中精史,立石賢二:レーザー学会 第378回研究会報告, RTM-08-29 (2008) 1.

[9] C.F.Bohren and D. R. Huffman, Absorption and Scattering of Light by Small Particles (Wiley, New York, 1998).



偏光シートの外観







図11 TFDRS法により推定したもみ米の水分量とたんぱく質量。偏光子が無い場合には、水分量で±8.5wt%、 たんぱく質量で±4.8wt%の推定値のばらつき(平均値)が生じている。一方、偏光子により表面からの反射光の 影響を低減することで水分量、たんぱく質量の推定値のばらつきは(平均値)は±0.4wt%まで低減され、ほぼ実 測値と同じ値が得られた。