

光学特性の評価手法確立による非破壊計測装置の応用展開

電子情報科 科 長 下 村 義 昭
電子情報科 主任研究員 田 中 博 樹
食品・環境科 主任研究員 三 木 伸 一

光学的手法による非破壊測定装置は農産物の品質管理やヘルスケアにおいて高いニーズと大きな市場規模を持った成長産業として期待されている。また、長崎県が保有する光学的非破壊計測に関するコア技術は携帯型の非破壊糖度計を実現するなど装置の低コスト・小型化で競合製品を差別化できる強力な武器となっている。一方、コア技術を活用した非破壊測定装置の開発では、測定光源の波長や測定精度に関する装置仕様を理論と実験の両面で検討する必要があるが、穀物や生体では理論計算に必要な吸収係数等の光学特性の測定が難しく正確な情報が不足している。そこで、本研究では光散乱体の光学特性を正確に測定する手法を確立して穀物や生体等の光学特性のデータベースを構築することを目的としている。本報告では、開発した光学特性の測定装置と性能、及び各種被検体の光学特性に関する測定結果について述べる。

1. 緒 言

光学的手法による非破壊計測装置は農産物の品質管理や生体組成計測によるヘルスケアにおいて高いニーズと大きな市場規模を持った成長産業として期待されている。また、長崎県独自の光学的計測技術は携帯型の非破壊糖度計を実現するなど装置の低コスト・小型化で競合製品を差別化できる強力な武器となっている。非破壊糖度計を実現した計測手法TFDRS (Three-Fiber-Based Diffuse Reflectance Spectroscopy)^[1]の概略を図1に示す。TFDRSでは、農作物や生体などの散乱体の表面から光ファイバで光を照射し、反射光の一部を2本の受光ファイバで受光する。受光した2つの反射光量 i_{ref} 、 i_{sig} から反射率 $R = i_{sig}/i_{ref}$ を算出し、下記式で表される相対吸光度比 γ を求める。

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

ここで、 $R(\lambda_1)$ 、 $R(\lambda_2)$ 、 $R(\lambda_3)$ は波長 λ_1 、 λ_2 、 λ_3 での反射率をそれぞれ表す。散乱体に入射した光は散乱と吸収を繰り返し、物質内部を減衰しながら伝播する。非破壊計測において知り得たい情報量は、多くの場合、内部に含まれる物質の成分量であるが、光による計測の難しさは、物質に光を照射し、ある地点で観測された光が、散乱により減衰したのか、吸収により減衰したのか、わからないところにある。一方、TFDRS法は、(1)式で表される相対吸光度比 γ が散乱の影響を受けない物理量で、物質内に含まれる成分量と良い直線相

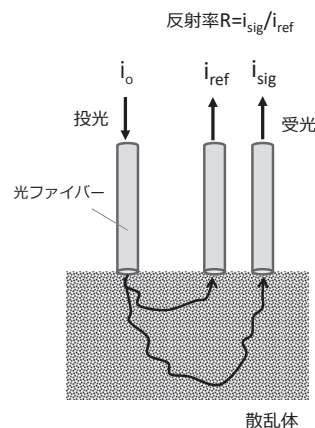


図1 TFDRSの概略

関を示すため、非破壊計測において高いパフォーマンスを期待できる。

TFDRSの基本原理を基とした装置開発において、単にサンプルに投光した光を2か所の検出位置で受光すれば測定できるかということ、そう容易なものでもない。なぜなら、測定対象によって適した検出位置や選択波長が異なり、実用的には、測定対象の性状や使用環境などに応じた光学部品の選定、光学系の設計、解析手法の確立が不可欠だからである。この際、実験的にすべての条件を求めるのは、時間と手間がかかり、現実的ではない。そこで、理論的及び実験的なアプローチの両面から装置仕様の決定を行っている。例えば、先述の携帯型の非破壊糖度計開発では、モデル計算による測定精度の予測と波長可変レーザーによる実験的な検証を行っている。理論計算の例として、図2に果

実糖度計測を想定したSN比 η の算出結果を示す。SN比 η は糖度の測定精度（測定誤差の標準偏差）を ΔC として $\eta=(1/\Delta C)^2$ で定義される。(1)式の波長 λ_1 、 λ_3 をそれぞれ900 nm、1060 nmとして波長 λ_2 のみを変化させているが、SN比 η の実測値（実線）と理論値（点線）は良く一致している。

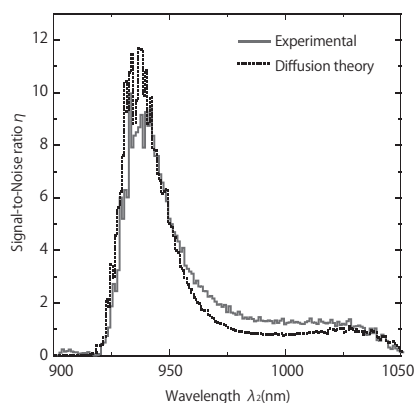


図2 果実糖度計測におけるSN比 η の理論計算

しかしながら、様々な測定対象に同じ開発プロセスをあてはめようとする、光学特性の情報不足に起因するモデルの不完全さが問題となる。光学特性とは、ある被検体の単位長さを通ずる光の散乱及び吸収の割合のことで、吸収係数、散乱係数と呼ばれる長さの逆数を単位とした物理量で定義される。光学特性の値がわかれば、より正確な理論モデルを構築でき、非破壊計測装置の開発の幅を広げ、開発是非の判断、開発スピードの向上につながる。透明な糖水溶液の散乱体でモデル化できる果実では、一般的な分光光度計などを用いて、その光学特性値を容易に測定することができるが、穀物や生体では、含まれるタンパク質や炭水化物が不溶性（不透明）のため、光学特性値の測定が困難である。

不溶性物質を含む光学特性値の測定については、これまでに、逆モンテカルロ法²⁾、飛行時間計測法³⁾など様々な研究がおこなわれている。しかしながら、これらで得られた光学特性値は特定のサンプルの代表的な値にすぎず、測定条件、解析条件も様々である。非破壊計測装置開発のためには、結局のところ、光学特性値の計測装置を製作し、目的とする分析対象や分析条件などに応じた実用的なデータの取得が必要となる。そこで、本研究では、不溶性物質の光学特性を正確に測定する手法を確立し、穀物や生体等の光学特性のデータベースを構築することを目的とした。

2. 研究内容と結果

2.1 単一光子計測装置の試作

本開発では、飛行時間計測法を基とした測定系を構築した。図1で時間幅が数psのパルス光を入射光 i_0 とした場合、反射光 i_{ref} （又は i_{sig} ）のパルス幅は入射光に比べて数100倍と大きくなる。この反射光の時間分解計測で得られた波形は検出距離や散乱係数等、被検体固有の光学特性の関数として解析的に算出することができる。これにより、散乱係数等の光学特性を測定した反射光の時間波形と理論値が一致する値として非線形最小二乗法で決定することができる。このとき、非常に短い時間で伝播する反射光の時間波形を得るために、時間相関単一光子計数（以下TCSPC: Time Correlated Single Photon Counting）の手法を用いている。TCSPC法は、サンプルに入射した単一光子の伝播する時間を繰り返し計測し、ヒストグラムを作成することで、時間波形を得ることができる。

図3に本研究で開発したシステムの概略を示す。照射光源に繰り返し数80 MHz、パルス幅3 ps以下の波長可変Ti:sapphireレーザー（Tsunami, Spectra-Physics社製）を用いた。被検体からの反射光を光ファイバ（NA=0.22, コア径0.1 mm）で受光し、光検出器PD1（PHD-400, Becker & Hickl社製）とPD2（SPD-100-CTE, Micro Photon Devices社製）で入射光の一部と光ファイバで受光した反射光をそれぞれ検出する。このとき、NDフィルターを用いて、PD2の検出器に検出される光子数が 2×10^6 個/秒以下となるようにレーザー出力を調整した。

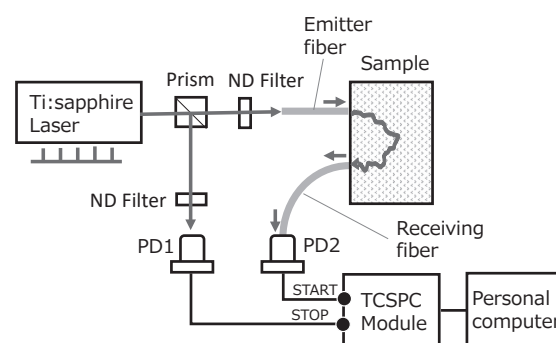


図3 TCSPC法をベースに構築した時間分解分光システムの概略図

この条件により、レーザーの繰り返しは80 MHz (8×10^7 Hz) であるので、1パルスのレーザー照射に対して検出できる光子数は1よりも十分に小さく（複数の光子が検出される可能性が確率的に低く）、単一

光子を計測できる。各光検出器からの信号を TCSPC 回路 (SPC-130EM, Becker & Hickl 社製) に入力してレーザー光の照射から単一光子検出までの時間を繰り返し測定することにより、反射光の時間波形が得られる。

2.2 単一光子計測

単一光子計測では、高感度な検出器を用いるため、光学系からのわずかな反射光や外乱光がノイズとなる。そのため、光の導光部に反射光や外乱光が進入しにくい光学系の設計と光学部品の選定を行った。使用する光ファイバは黒色のポリエステルエラストマーで被覆した。また、光ファイバの先端スリーブ及び光ファイバ固定用の治具は黒色の樹脂材 POM (ポリアセタール) で製作した (図4)。

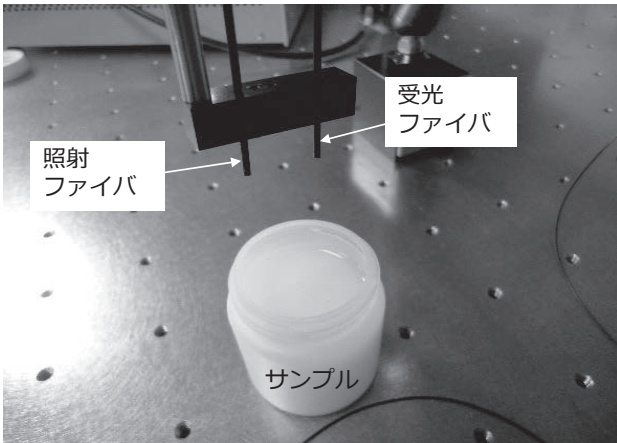


図4 レーザー照射プローブ

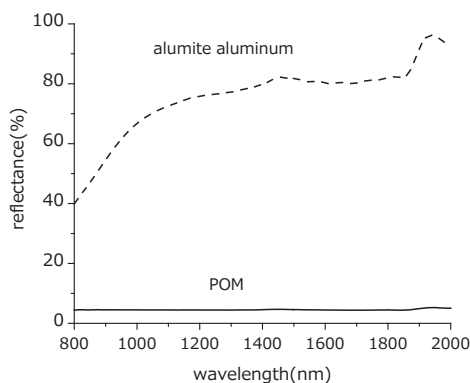


図5 アルマイト処理したアルミニウム及びPOM素材の反射率

POMは赤外域においても反射率が小さく (図5)、また、機械的強度に優れ、加工しやすいことから、本装置におけるプローブの素材に適している。試作した装置の外乱光の影響を調べるためバックグラウンドの

光子数とレーザー照射により検出される光子数を比較した。同一時間の計測において、レーザー照射による光子のカウント数は数百万個であったのに対し、バックグラウンドの光子のカウント数はわずか1000個程度であり、外乱光の影響は非常に小さいことが確認できた。

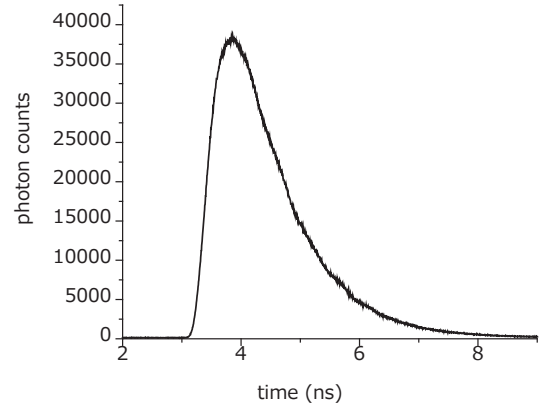


図6 濃度 0.4 wt%、直径 600 nm のポリスチレン微粒子溶液で測定した反射光の時間

次に、光学特性が既知の濃度 0.4 wt%、直径 600 nm のポリスチレン微粒子溶液を用いて測定精度の検証を行った。入射光ファイバと受光ファイバ間の距離は 20 mm とし、Ti:sapphire レーザーの波長は 801.3 nm とした。得られた時間波形を図6に示す。時間波形の理論式⁴⁾を得られた波形にフィッティングすることにより散乱係数、吸収係数を得ることができるが、図6の時間波形には、装置固有の応答特性 (装置関数) が畳み込まれ、真の波形よりパルス幅が広がっている。

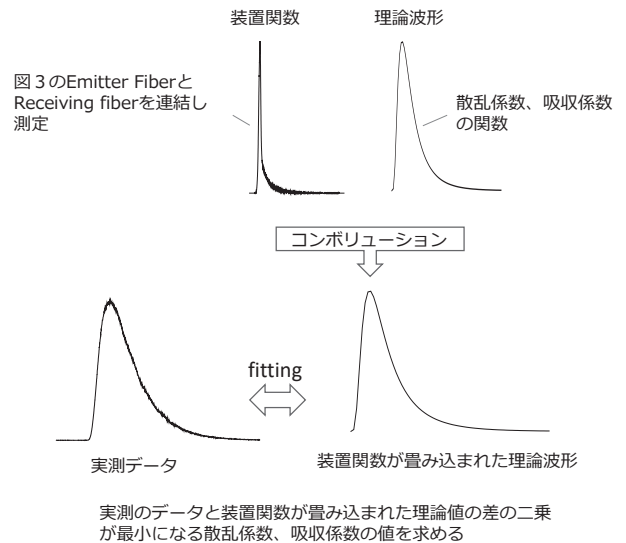


図7 コンボリューションによるフィッティングの概念

理論的には、測定した時間波形と装置関数をデコンボリューションすることにより機器の応答特性を除去した真の波形を得ることができる。

しかしながら、デコンボリューションで得られた真の波形の結果が測定データのノイズの影響を受け、フィッティングで得られる散乱係数等の誤差が大きかった。そこで、理論波形と装置関数をコンボリューションした波形（装置関数が畳み込まれた理論波形）を実測の時間波形に最小二乗法によりフィッティングして吸収係数、散乱係数を求めた（図7）。これにより、ポリスチレン溶液の散乱係数を理論値に対して精度よく測定できることが確認できた。

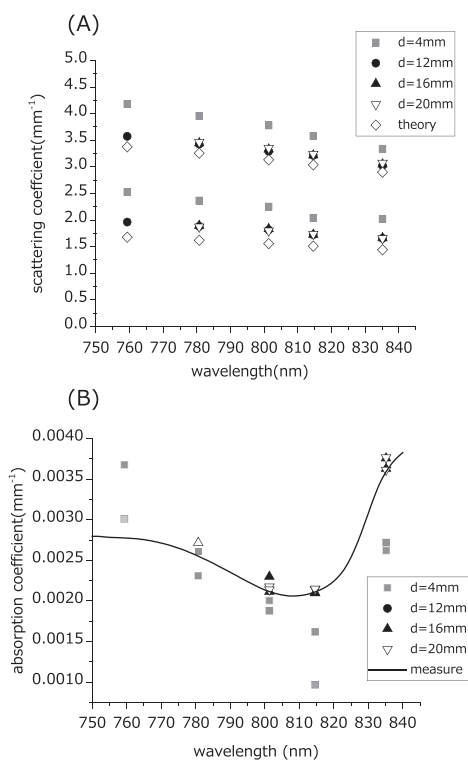


図8 ポリスチレン微粒子溶液のサンプル濃度、検出距離、波長の違いによる光学特性の算出結果 (A) 散乱係数 (B) 吸収係数

図8にポリスチレン溶液の濃度（0.5 wt%、1.0 wt%）、受光距離（4 mm、12 mm、16 mm、20 mm）、波長（759.3 nm、780.7 nm、801.3 nm、814.6 nm、835.2 nm）を変化させ、散乱係数（図8 (A)）、吸収係数（図8 (B)）を求めた結果を示す。散乱係数のグラフにはミー理論から計算した理論値、吸収係数のグラフには分光光度計による水の吸収係数の測定値もあわせて表示する。このとき、受光距離が4 mmにおいては、他の計測値よりも誤差が大きい。これは、点光源とみなす理論式と光源が有

限の幅を持つ実測とのギャップによるもので、受光距離が短いほど、相対的に誤差が大きくなる。一方、受光距離に留意すれば、濃度1.0 wt%のポリスチレン溶液について7%以内の精度で光学特性の測定ができており、良好な結果が得られている。

これらの結果を踏まえ、生体及び農作物の光学特性値の測定を行った。緒言でも述べたが、農産物の品質管理や生体計測によるヘルスケアにおいて非破壊計測装置のニーズは高い。表1に生体の光学特性の測定結果を、表2に農作物関連の光学特性値の測定結果を示す。測定波長はすべて801.3 nmとした。

表1 生体の光学特性
(上下段の数値データは被験者が異なる)

生体部位	散乱係数 (mm ⁻¹)	吸収係数 (mm ⁻¹)
指 (人差し指)	0.85	0.019
	0.89	0.018
手 (母指球)	0.56	0.030
	0.84	0.021
手 (手のひら)	1.05	0.030
	1.02	0.027
前腕	0.86	0.028
	0.82	0.021

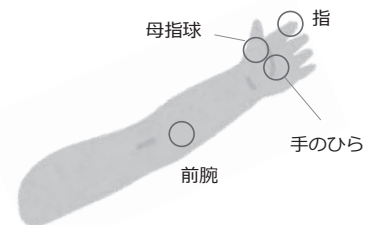


表1の生体に関して、今回の計測結果では、被検者間の差よりも測定部位による差が比較的大きかった。被験者1及び被験者2は共に成人男性であり、同じ部位では組成や構造が似通っていると考えられる。また、吸収係数はヘモグロビンなど生体に含まれる色素の量と関連があるが、表1では、指先の吸収係数の値が他の部位よりも小さい。これは、800 nm付近の波長において吸収をもたない骨などの影響と考えられる。

また、農作物においては、リンゴのような1つの固体から米などの粒の集合体など、大きさや形状、あるいは色の違い、構造の違いなど、性状が多様であり、散乱係数、吸収係数の値はサンプルによって大きく異なっている。また同一のサンプルにおいても、光学特性の値が大きく変化するものもある。例えば、表2の木片の光学特性値については、繊維方向にプローブを

表2 農作物関連の光学特性

農作物の種類	散乱係数 (mm^{-1})	吸収係数 (mm^{-1})
リンゴ	1.32	0.0021
ぶどう	0.65	0.020
木片 [繊維方向] (トチノキ)	4.41	0.012
粳 (粒)	1.33	0.0071
精米 (粒)	1.20	0.0023
小麦デンプン (粉)	45.4	0.0012
グルテン (粉)	39.7	0.031

配置して測定しているが、繊維と垂直方向にプローブを配置した場合、内部に伝播した光が大きく減衰し、光学特性値が測定できなかった。これは、木の節における光の反射によるものと考えられる。また、粳においては、表2に測定結果の一例を示したが、粒間の空隙が大きいいため、サンプル容器内の粳のパッキング状態などによって、散乱係数でおよそ $0.2 \text{ mm}^{-1} \sim 2.3 \text{ mm}^{-1}$ 、吸収係数で $0.001 \text{ mm}^{-1} \sim 0.0097 \text{ mm}^{-1}$ の範囲で光学特性値が変化した (30回繰り返し測定)。こうした情報は、計測に適したプローブ構造や、サンプルの測定位置、光ファイバの配置など、非破壊計測装置の構成を決める手助けとなる。今回、開発した装置を用いて様々な物質の散乱係数と吸収係数を取得できた。今後も、非破壊計測装置の開発促進のため、被検体の種類や測定波長の範囲を拡大して光学特性を蓄積したいと考えている。

3. 結 言

本開発では、不溶性物質の光学特性を測定するために、TCSPC法をベースにパルス幅3ps以下のチタンサファイアレーザーを測定用光源とした時間分解分光システムを構築した。導光部の改良によるノイズの低減、及び検出器など装置固有の光学応答に起因したパルス幅の広がりや補正する信号処理方法を確立し、ポリスチレン微粒子の光学特性を精度良く測定できることを確認した。また、生体や農作物などの実際のサンプルの散乱係数や吸収係数を算出できた。今後、被検体の種類や測定波長の範囲を拡大して光学特性を蓄積することで、非破壊計測装置の開発を促進したいと考えている。

参考文献

- [1] 下村義昭：レーザー研究, Vol. 39, No.4, pp.233-238, 2011.
- [2] 本多典広, 石井克典, 南篠卓也, 栗津邦男：JJSLSM, Vol.32, No.4, pp.421-427, 2012.
- [3] O.H.A. Nielsen, A.A. Subash, F.D. Nielsen, A.B. Dahl, J.L. Skytte, S. Anderson and D. Khoptyar, J: Near Infrared Spectrosc., Vol.21, pp.375-383, 2013.
- [4] M. S. Patterson, B. Chance, and B. C. Wilson: Appl. Opt., Vol.28, No.12, pp.2331-2336, 1989.