

レーザーダイオードの表面プラズモン共鳴センサ用光源への応用

入部 康敬

1. はじめに

筆者の所属講座では、表面プラズモン共鳴センサ(Surface Plasmon Resonance (SPR) Sensor)の開発を行っている。SPR センサは抗原-抗体反応を高感度にリアルタイムに測定できることから、免疫センサなどに応用されている。現在、筆者が所属する研究室では、図 1 に示すような SPR の原理を応用した近接場領域における蛍光観察法の表面プラズモン励起増強蛍光法 (Surface Plasmon Enhanced Fluorescence (SPEF)) について検討している。SPEF 関連の文献によれば、光源にレーザーダイオード(LD)を利用した研究が多数報告されていることから、所属講座でも SPR センサの光源をこれまでに使用していた LED から LD へ変更することになり、その問題点と改善策について報告する。

2. 実験方法

1. SPR センサチップの作製方法

センサチップの金属薄膜に Au を使用するため、まず初めに Au 薄膜と基板との接着層として Ti 層を成膜した。その成膜には抵抗加熱蒸着装置(VPC-260、ULVAC)および水晶振動式成膜コントローラ(CRTM-6000、ULVAC)を用いた。Ti 線 (TI-451326、 ϕ 0.30mm、Nilaco) を蒸着源として真空圧 2.0×10^{-3} Pa において高屈折率 SF6 基板の表面に膜厚 2nm の Ti 層を成膜した。そして Quick Auto Coater SC-701AT (サンヨー電子)を使用して、放電電流 50mA で Ti 層表面に膜厚 50nm の Au 薄膜を成膜した。

2. SPR-SPEF 測定方法

SPR センサチップをマッチングオイルを介して 2D-SPR センサシステム(NTT-AT)に設置し、Au 薄膜表面に蒸留水を約 200 μ l 滴下し遮光用カバーを被せた。高出力 LED ドライバ(DC2100、Thorlabs)接続 LED (M660L2 [λ =660nm]、Thorlabs)から光ファイバを経由した入射光を 2D-SPR センサシステム内部の偏光板を介しプリズムへと照射した。基板背面での反射光を等倍レンズを介して所定の露光時間で撮影できるよう CCD カメラを設定した。基板の配置設定を行い、角度範囲 49.0-57.0[deg]、0.1[deg]刻みで角度走査 SPR 測定を行い、各入射角度での SPR 画像を撮影した。そして各入射角度において、p-偏光による SPR 現象に伴う反射光強度と、s-偏光による SPR 現象に基づかない反射光強度を求め、これらの値を除算して求めた反射光強度変化率と入射角度の関係を表す SPR カーブのグラフを作成して、反射光強度変化率が最も低くなる入射角度(SPR 角)を求めた。

次に、光源側の光ファイバ端子から LED を取り外した後、電源 (0.01A, 3.0V, PA18-1.2A, Kenwood) が接続された赤色レーザーダイオードモジュール(λ =650nm, 1mW, ϕ 8mm, M-11822, 秋月電子)と光ファイバ端子を接続した。そして、同様に角度走査 SPR 測定を行った。その後、入射角度を SPR 角に設定して経時変化測定を開始し、経時変化に伴う反射光強度の変化を調べた。そして、経過時間毎の平均反射光強度および標準偏差を算出して変動係数を求めた。また、後述するスペックルパターンに伴う SPR 画像中の輝度のバラつきを画像解析ソフト Image J (NIH, Ver 1.53v)で評価した。SPR 画像中の空気曝露領域(100x100 pixels)の輝度平均値と標準偏差を Image J で求め、標準偏差を平均値で除した値を、SPR 画像中の輝度の均質化を表す指標であるスペックルコントラストとして求めた。

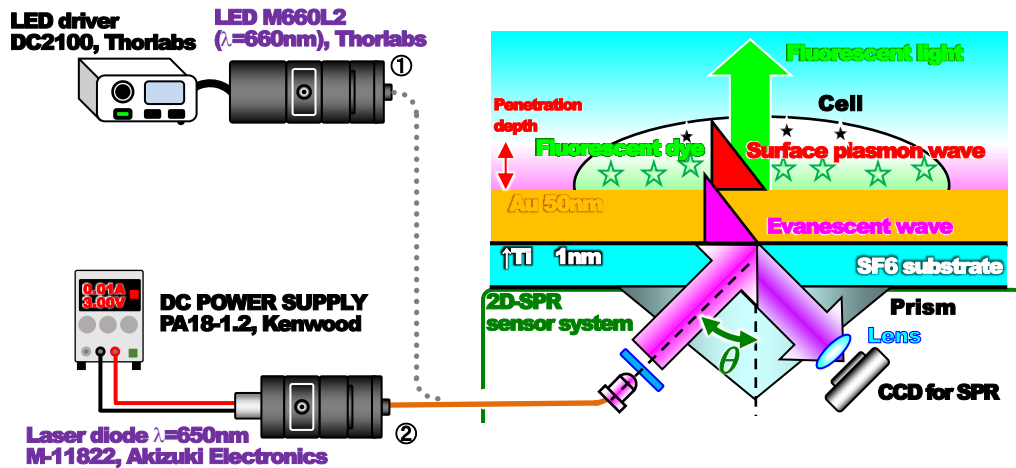


図1 SPR センサを利用した蛍光染色細胞の SPR-SPEF イメージングの概略図

3. 結果および考察

まず初めに、波長 650nm の LD を使用して角度走査 SPR 測定を行い、入射角度 52.9[deg]における SPR 画像を図2に示す。この SPR 画像中の黒色の楕円部分は蒸留水滴下領域、それ以外は空気曝露領域で、蒸留水滴下領域の反射光強度が最も低くなっている。LED を使用した場合の SPR 画像に比べて、LD を光源とした場合には刻々と変化する明暗の斑模様が見られた。また、図3の点線のグラフは、LD を光源として使用した角度走査 SPR 測定における SPR カーブであり、明暗の斑模様の影響とみられる反射光強度の変動が生じていた。この明暗の斑模様は「スペックルパターン」と呼ばれ、コヒーレントなレーザー光が粗面での反射や散乱する際に相互干渉による影響で生じる。このような特性をもつ LD を SPR センサの光源として利用するためには、この影響を抑制する必要がある。

そこで参考文献を調べた結果、光源からの入射光をプリズムへ導く光ファイバに振動を加えることによりスペックルパターンを抑制できることが明らかになった⁽¹⁻³⁾。そこで手で光ファイバを曲げ伸ばしを行い、スペックルパターンの影響の抑制効果を調べた。その結果、図3に示すように光ファイバを曲げ伸ばしすることにより、反射光強度の変動を幾分抑制することができた。

さらに図4に示すように光ファイバへサーボモータを装着し、Raspberry Pi Pico (Micro Python 3.10.6 (Thonny IDE), Raspberry Pi Foundation)によりサーボモータ(SG90, Power Pro)を制御することにより、光ファイバを 90° 繰り返し曲げ伸ばしする方法を組み込んだ。そして 20 秒毎に光ファイバの曲げ伸ばしを行いながら経時変化 SPR 測定を行った。



図2 各光源使用時の入射角度 52.9[deg]における SPR 画像

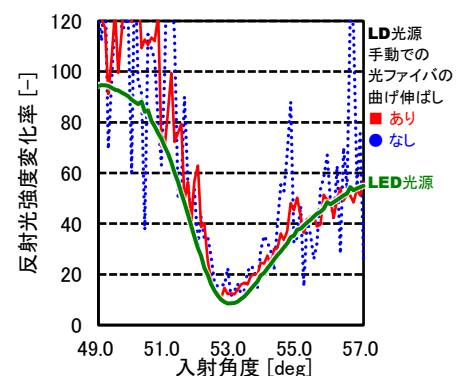


図3 角度走査SPR測定における反射光強度変化率への光ファイバの曲げ伸ばしの影響

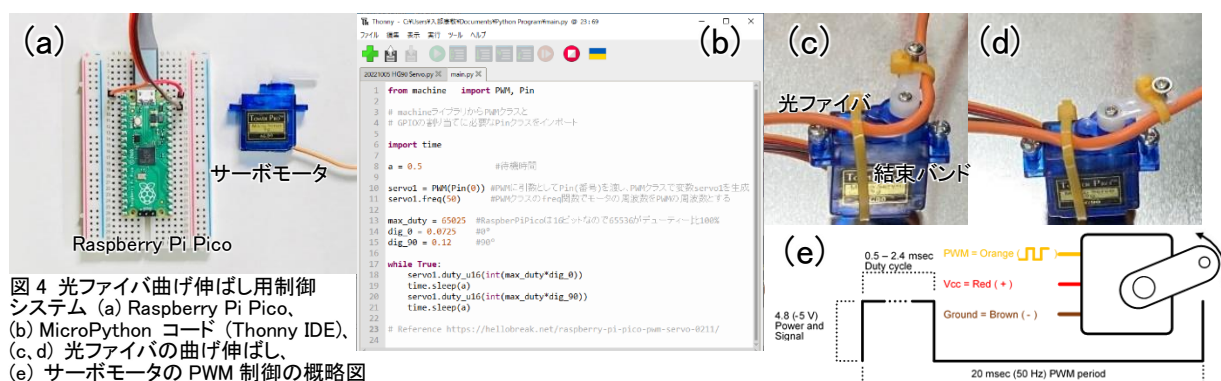


図4 光ファイバ曲げ伸ばし用制御システム (a) Raspberry Pi Pico、(b) MicroPython コード (Thonny IDE)、(c, d) 光ファイバの曲げ伸ばし、(e) サーボモータの PWM 制御の概略図

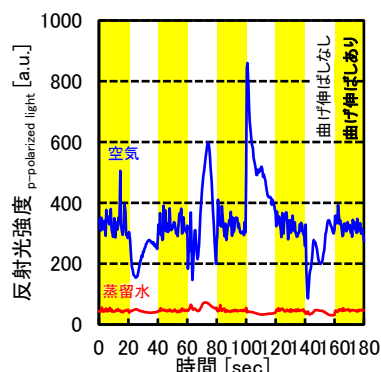


図5 サーボモータで光ファイバを曲げ伸ばしたときの SPR 現象に伴う反射光強度の経時変化

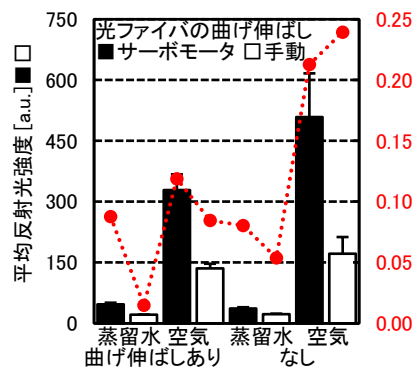


図6 光ファイバの曲げ伸ばしによる SPR 現象に伴う平均反射光強度と変動係数への影響

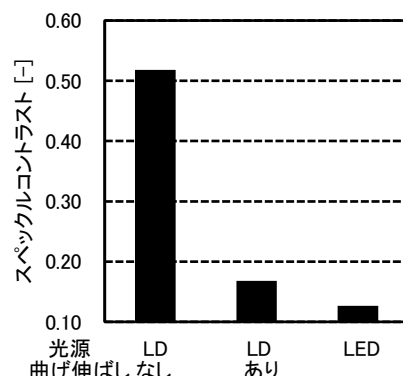


図7 LD 光源使用時の光ファイバの曲げ伸ばしの SPR 画像のスペックルコントラストへの影響

その結果、図5のように空気曝露領域において、光ファイバを曲げ伸ばししているときに反射光強度の変動が低くなることがわかった。一方、蒸留水滴下領域は反射光強度が低いため、スペックルパターンの影響が低く、反射光強度の変動が小さい。また、図6に示すように、サーボモータを使用した場合は、手動の場合より平均反射光強度の値が大きい。これはサーボモータの回転速度が遅く、手動に比べて速やかに光ファイバを曲げ伸ばしできていないことが要因であった。回転速度の速いサーボモータを用いることで改善を図りたい。さらに SPR 画像中のスペックルパターンの影響を評価するため、各光源使用時のスペックルコントラストを求めた。その結果、図7に示すように、光源に LD を使用する場合は、光ファイバの曲げ伸ばしを行うことで、LED を使用した場合に近い低いスペックルコントラストとなることが確認できた。

4. 謝辞

本実験の行う機会をくださり、本稿の執筆に対してご助言いただきました富山大学 学術研究部 工学系 鈴木正康 教授 に深く感謝いたします。

5. 参考資料

- (1) Optics and Photonics Journal, 10 (2020) 219-250
- (2) Proceedings of SPIE "Laser Resonators, Microresonators, and Beam Control XVI", 8960 (2014) 89601S-1-89601S-7.
- (3) OPTICS EXPRESS, 17 (2009) 17536-17546