

文章编号: 0258-7025(2007)09-1263-04

# 溶胶-凝胶条波导 Sagnac 环的 乙醇蒸气传感特性

初凤红, 庞拂飞, 韩秀友, 耿健新, 蔡海文, 瞿荣辉, 方祖捷

(中国科学院上海光学精密机械研究所信息光学实验室, 上海 201800)

**摘要** 采用有机/无机混合溶胶-凝胶法制作条形光波导, 并将条波导接入光纤 Sagnac 环中, 测量了输出光功率随环境气氛中乙醇蒸气体积分数变化的特性, 表明在实验研究的范围内, 输出信号与乙醇蒸气体积分数呈正弦变化。根据 Sagnac 环结构输出特性的基本关系, 反映了溶胶-凝胶条波导在乙醇蒸气气氛下产生了双折射效应。观察到双折射相移与乙醇体积分数的亚线性关系。对实验数据拟合, 计算了偏振相移的线性项和二次项系数, 得到所制备的条波导的双折射对乙醇体积分数的响应为  $\Delta n \approx 4.4 \times 10^{-2}$ 。测量了信号变化的时间演变特性, 典型的上升和下降时间常数分别为 3 min 和 12 min。

**关键词** 导波光学; 传感; 条波导; Sagnac 环; 溶胶-凝胶

**中图分类号** TN 252 **文献标识码** A

## Sensing Characteristics to Ethanol Vapor of Sol-Gel Stripe Waveguides Incorporated in a Sagnac Loop

CHU Feng-hong, PANG Fu-fei, HAN Xiu-you,

GENG Jian-xin, CAI Hai-wen, QU Rong-hui, FANG Zu-jie

(Laboratory of Information Optics, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics,  
The Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China)

**Abstract** A stripe waveguide was fabricated by organic-inorganic hybrid sol-gel technology. The waveguide was connected into a Sagnac fiber loop to measure output power under environment of different ethanol vapor volume fraction. It was found that the output signal varied in a sinusoidal function of ethanol vapor volume fraction within the measured range. According to the property of Sagnac loop, the measured behavior indicates that there exists birefringence caused by ethanol vapor absorption into the sol-gel material. The birefringence phase shift was observed to vary with ethanol vapor volume fraction in a sub-linear way. The coefficients of the linear term and second order term were calculated from the experimental data fitting, and the birefringence sensitivity to ethanol volume fraction was evaluated to be  $\Delta n \approx 4.4 \times 10^{-2}$ . The temporal signal change was also measured, and the typical rising and falling time constants were obtained to be 3 min and 12 min respectively.

**Key words** guided wave optics; sensing; stripe waveguide; Sagnac loop; sol-gel

### 1 引言

集成光波导传感器以其不受外界电磁场的干扰、稳定性好、灵敏度高、并具有小型化和多功能集

成可能性等优点,吸引了科研工作者的注意。各种各样的传感结构,比如马赫-曾德尔(M-Z)干涉仪<sup>[1]</sup>、多模干涉仪<sup>[2]</sup>、环形谐振腔<sup>[3]</sup>等已经广泛地应用于生物和化学传感。其中基于平板波导或条波导

收稿日期: 2006-11-23; 收到修改稿日期: 2007-03-15

基金项目: 上海市科委光科技行动计划(022261009)资助项目。

作者简介: 初凤红(1979—),女,黑龙江人,博士研究生,主要从事集成光波导器件在传感方面应用的研究。

E-mail: chufenghong@mail.siom.ac.cn

导师简介: 瞿荣辉(1972—),湖北人,研究员,博士生导师,目前研究方向为光电子器件与信息科学技术。

E-mail: rhqu@mail.siom.ac.cn

双折射效应的干涉传感器以其灵敏度高、体积小等优点也越来越受到重视<sup>[4]</sup>。Sagnac 环的传输特性对环中的双折射敏感,基于双折射效应的光纤 Sagnac 环传感器由于重量轻、灵敏度高优点而被用于温度<sup>[5]</sup>和超声波传感<sup>[6]</sup>。

溶胶-凝胶(sol-gel)是制备平面光波导的一种重要方法,它具有许多优点<sup>[7,8]</sup>,如温度低、易于改性、掺杂的范围宽、采取不同的工艺过程可获得不同的产品和工艺简单等。在环境监测、空气质量分析等领域都需要对挥发性化学物质的体积分数进行检测,当空气中乙醇蒸气体积分数过高时会引起鼻黏膜和眼结膜的损伤甚至乙醇中毒<sup>[9]</sup>,因此检测乙醇蒸气体积分数对人类的健康非常重要。将甲基或苯基改性的二氧化硅溶胶-凝胶材料涂附于光纤周围<sup>[10,11]</sup>,这种改性的二氧化硅材料对碳氢化合物具有吸收特性。本文采用工艺过程简便的有机/无机混合溶胶-凝胶材料制备条波导,测量了乙醇蒸气的体积分数,分析了基于 Sagnac 结构条波导的输出特性,并测量了不同体积分数乙醇蒸气下的透射光功率。

## 2 波导制备和器件的基本特性

采用工艺过程简便的有机/无机混合溶胶-凝胶材料制备条波导,利用苯基三乙氧基硅烷(Phtes)、甲基三乙氧基硅烷(Mtes)、正硅酸四乙酯(Teos)作为反应前驱物,通过三种前驱物的不同配比制备波导芯层和涂覆层材料<sup>[12]</sup>。制备的条波导俯视光学显微照片如图 1(a)所示,波导条宽为 $9\ \mu\text{m}$ 。硅基片解理后观察到条波导的形状,如图 1(b)所示,波导台形高度为 $3\ \mu\text{m}$ 。两解理面之间的波导长度为 $7.6\ \text{mm}$ 。

在原理上条波导的特性比较简单,最基本的是其传输损耗。为了开发它的传感特性,损耗并不是一个可靠和实用的传感物理量。G. Hanisch 等<sup>[13]</sup>提出溶胶-凝胶条波导具有双折射特性,而且这一特性会随材料对环境气氛的吸附而发生变化。如果能利用条波导的双折射特性做成传感器,器件的结构将十分简单。实验制备的条波导接入光纤 Sagnac 环中,其结构如图 2 所示。由掺铒光纤的放大自发辐射(ASE)光源发出的光进入 3 dB 耦合器后被分为两束,分别沿顺时针和逆时针方向在环中传播,当两束光再次在耦合器中相遇时发生光的干涉,用光功率计测量其输出特性。

在入射功率较低、非线性效应可以不必考虑的条件下,环内光束传播满足可逆性原理。由于光束

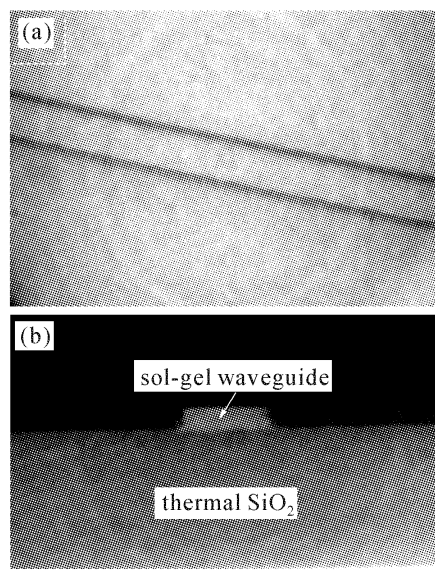


图 1 条波导的显微照片

(a) 条波导; (b) 条波导端面

Fig. 1 Micrograph of channel waveguide

(a) channel waveguide; (b) cross section of channel waveguide

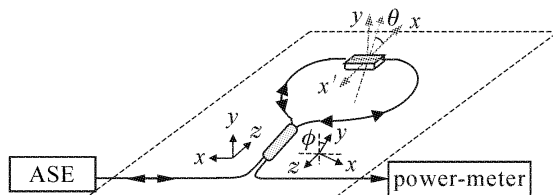


图 2 条波导 Sagnac 环结构示意图

Fig. 2 Schematic of channel waveguide Sagnac structure

在光纤中传播,偏振态将随光纤的弯曲扭转而变化,采用光纤坐标系:以光纤中光波的传播方向为  $z$  坐标的正方向,垂直光纤环平面的方向为  $y$  方向, $x$  方向平行于光纤环平面, $z$  和  $x$  方向将随光纤弯曲而改变,如图 2 所示。

偏振光在 Sagnac 环传播的基本特性,可以用琼斯矩阵方法进行分析<sup>[14]</sup>。假设 3 dB 光纤耦合器特性与偏振无关,当在环内插入一个条波导时(假设波导具有一定的双折射特性),快慢轴光波的相位差为  $\delta$ ;条波导的光轴与光纤环的坐标轴可能存在夹角,表示为  $\theta$  (图中条波导的光轴为虚线所示),则顺时针(CW)和逆时针(CCW)方向光波的琼斯矩阵可分别表示为

$$T_{\text{CW}} = \begin{bmatrix} \cos^2 \theta + e^{-i\delta} \sin^2 \theta & \sin \theta \cos \theta (1 - e^{-i\delta}) \\ \sin \theta \cos \theta (1 - e^{-i\delta}) & e^{-i\delta} \cos^2 \theta + \sin^2 \theta \end{bmatrix}, \quad (1a)$$

$$T_{\text{CCW}} = \begin{bmatrix} \cos^2 \theta + e^{-i\delta} \sin^2 \theta & -\sin \theta \cos \theta (1 - e^{-i\delta}) \\ -\sin \theta \cos \theta (1 - e^{-i\delta}) & e^{-i\delta} \cos^2 \theta + \sin^2 \theta \end{bmatrix}, \quad (1b)$$

其中认为环中的光纤损耗可忽略,并假设耦合损耗与偏振无关。在耦合器发生光波的干涉后,由入射端口反射和从输出端口出射的光信号场强分别为

$$E_1 = -i \begin{bmatrix} (\cos^2 \theta + e^{-i\delta} \sin^2 \theta) E_x \\ (e^{-i\delta} \cos^2 \theta + \sin^2 \theta) E_y \end{bmatrix}, \quad (2a)$$

$$E_2 = \begin{bmatrix} \sin \theta \cos \theta (1 - e^{-i\delta}) E_y \\ \sin \theta \cos \theta (1 - e^{-i\delta}) E_x \end{bmatrix}, \quad (2b)$$

式中  $E_x, E_y$  分别为输入光的  $x, y$  方向的场强分量。由此可得相应光功率分别为

$$I_1 = [1 - \sin 2\theta \sin^2(\delta/2)] (|E_x^2| + |E_y^2|), \quad (3a)$$

$$I_2 = \sin 2\theta \sin^2(\delta/2) (|E_x^2| + |E_y^2|), \quad (3b)$$

从式(3b)可知,Sagnac 环的特性与光源的偏振特性无关。因此,偏振光源或者非偏振的 ASE 光源都可以用于检测波导的双折射特性。但是 ASE 的宽带特性可能会使光纤耦合器的分束比有所偏离,这将对实验结果带来一定的误差。当 Sagnac 环中条波导的双折射特性发生变化时,输出端口的光功率也将发生变化,因此通过 Sagnac 环可以灵敏、可靠地检测波导的双折射特性的变化。

### 3 测量方法和实验结果

为了测量条波导 Sagnac 环的传感特性,条波导两端与单模光纤耦合固定后与一个 1:1 光纤耦合器相连接,然后整体固定到一个密闭的金属容器中。在金属容器上有光纤输入和输出端口,气体输入和输出端口,以及一个可向容器中注射液体的端口,并且在容器中放置一个小的风扇,其用途就是使注入到容器中的乙醇可以在金属容器中快速挥发、均匀分散。容器的容积为 4.8 L。根据注入的液体及其分子量,就可知在标准状态下气氛中物质的体积分数。在实验中,在两次不同的试样和同一试样、不同体积分数的测试之间,通入干燥氮气,以清洗气氛和吸附的乙醇分子,排除相互串扰。

实验主要测试了条波导 Sagnac 环输出功率随乙醇蒸气体积分数的变化及其时间响应。输出功率用 ML9002A 光功率计测量,其分辨率可达到皮瓦量级,测试结果如图 3 所示。图 4 为对乙醇体积分数为  $10^{-4}$  下数据的放大,以便获得波导环形谐振腔对乙醇分子吸附和解吸附的时间演变过程。输出信号随时间的变化可以分别用指数函数  $1 - \exp(-t/\tau_1)$  和  $\exp(-t/\tau_2)$  近似,拟合后可得上升和下降的时间常数分别为 3.0 min 和 11.9 min。说明乙醇分子吸附有一个过程,脱附更慢。但从图可见,输出功

率的变化实际上在小于 1 min 内就反应出来了,只是达到饱和比较慢。上升和下降时间常数与乙醇体积分数有关,上升时间随体积分数的增加而减小,下降时间随体积分数的增加相对变化较小。由图 3 也可看到,两次测试间赶气后的本底稍微有些变化,随测试的持续和乙醇体积分数的增加,本底有所下降。因采用的溶胶-凝胶材料的折射率具有负的温度系数<sup>[12]</sup>,这一变化来源于温度变化的可能性较大。

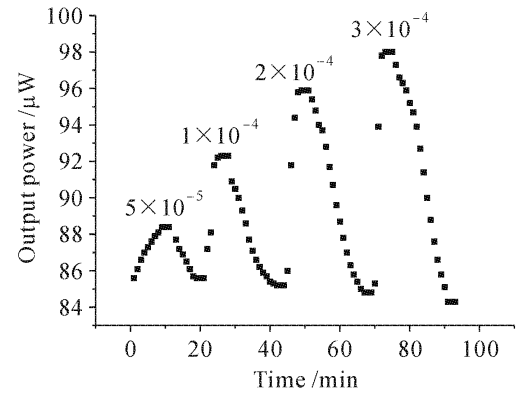


图 3 不同乙醇体积分数的输出功率随时间变化曲线  
Fig. 3 Output power verse time for ethanol vapor with different volume fraction

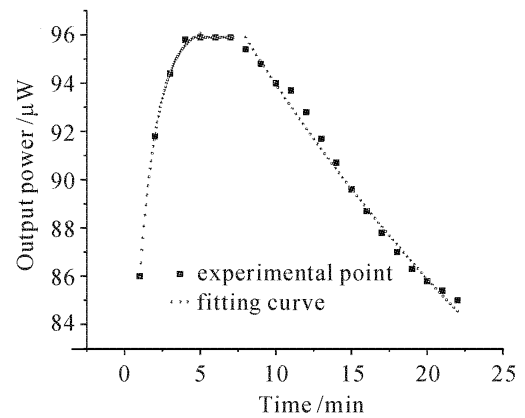


图 4 乙醇体积分数为  $10^{-4}$  时的放大图  
Fig. 4 Enlarged curve for ethanol vapor volume fraction as  $10^{-4}$

图 5 为稳定时输出信号与乙醇蒸气体积分数关系的实验数据和拟合曲线,可以看出输出信号与乙醇蒸气体积分数具有正弦变化的特征,但是变化幅度与本底相比所占比例比较小。根据公式(3b),从 Sagnac 环端口的输出信号与条波导的双折射时延呈平方正弦函数的关系。但是,由光纤构成的 Sagnac 环中不可避免地存在着随机的双折射;此外,从光纤到条波导的耦合中,一部分进入波导,还有一部分从波导端面反射回到光纤中,这部分光波不能构成完整的顺时针或逆时针环路,使得两环路光波在回到光纤耦合器上时,不能实现完全的干涉

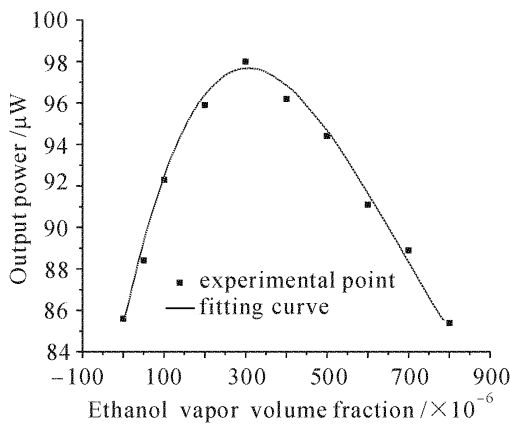


图5 输出功率随乙醇体积分数的变化曲线

Fig. 5 Curve of output power verse ethanol vapor volume fraction

相消。为此引入一个本底的相移, Sagnac 环的输出可以表示为

$$f(x) = h \sin^2 \delta = h \sin^2 (\delta_0 + \delta_1), \quad (4)$$

式中  $h$  为拟合系数,  $\delta_0$  为本底相移,  $\delta_1$  为条波导双折射引起的相移。从图 5 可看出, 极大值两边的曲线偏离对称, 表明时延与乙醇体积分数的关系具有亚线性的特点。可以将  $\delta_1$  相移表示为  $\delta_1 = ax - bx^2$ ,  $x$  为乙醇体积分数,  $a, b$  为拟合系数。当  $x$  以  $10^{-4}$  体积分数为单位时, 可得  $a = 0.0432\pi$ ,  $b = 0.00169\pi$ , 由此得到乙醇吸附引起的双折射为  $\Delta n \approx 4.4 \times 10^{-2}$ 。

由于 Sagnac 环中的光纤和波导均处于相对固定的状态, 其输出功率的变化只能归结为乙醇蒸气吸附导致的条波导双折射特性的变化。其机制可以分析为: 用溶胶-凝胶制作的条波导在吸附了乙醇蒸气后, 材料的折射率将发生变化, 而且波导的 TE 和 TM 模折射率的变化可能不同, 引起材料双折射的变化; 另外溶胶-凝胶材料吸附乙醇后会膨胀。由于波导的结构特点, 条形波导在垂直和平行于衬底平面的两个方向上的受力情况不同, 使波导几何尺寸及内部的应力分布发生变化。这一因素也会引起双折射的变化。虽然这一双折射是相当微弱的, 但是利用 Sagnac 环对于偏振特性的高灵敏度, 通过探测输出端口的光功率就可以感知乙醇的体积分数。

## 4 结 论

采用有机/无机混合溶胶-凝胶法制作了条形光波导, 将条波导光纤耦合接入到光纤 Sagnac 环中, 并置于一个封闭空间中测试器件对乙醇蒸气的敏感性。测得 Sagnac 环输出信号功率随乙醇体积分数的增加呈正弦变化, 与 Sagnac 环对偏振时延的特性

一致。观察到相移随乙醇体积分数变化的亚线性关系, 数据拟合得到条波导双折射的响应为  $\Delta n \approx 4.4 \times 10^{-2}$ 。结果表明光波导的偏振特性是一个可以用于传感的物理量, 即使一个十分简单的直条光波导, 也有可能用于化学物质的传感器。

## 参 考 文 献

- R. G. Heideman, P. V. Lambeck. Remote opto-chemical sensing with extreme sensitivity: design, fabrication and performance of a pigtailed integrated optical phase-modulated Mach-Zehnder interferometer system [J]. *Sensors and Actuators B*, 1999, **61**(1-3):100~127
- K. R. Kribich, R. Copperwhite, H. Barry *et al.*. Novel chemical sensor/biosensor platform based on optical multimode interference (MMI) couplers [J]. *Sensors and Actuators B*, 2005, **107**(1):188~192
- Pang Fufei, Han Xiuyou, Chu Fenghong *et al.*. Sensitivity to alcohols of a planar waveguide ring resonator fabricated by a sol-gel method [J]. *Sensors and actuators B*, 2007, **120**(2):610~614
- Albrecht Klotz, Andreas Brecht, Günter Gauglitz. Channel waveguide mode beat interferometer [J]. *Sensors and Actuators B*, 1997, **39**(1-3):310~315
- Meng Guangwei, Yang Hongyuan. Sagnac fiber optic sensor for temperature measurement [J]. *Optical Technology*, 2005, **31**(6):925~927  
孟光伟, 杨洪远. 光纤 Sagnac 温度传感器 [J]. *光学技术*, 2005, **31**(6):925~927
- Tae Seong Jang, Seung Seok Lee, Young Gil Kim. Surface-bonded fiber optic Sagnac sensors for ultrasound detection [J]. *Ultrasonics*, 2004, **42**(6):837~841
- A. Jitianu, M. Garmer, M. Zaharescu *et al.*. Experiments for inorganic-organic hybrid sol-gel films for micro-and nanophotonics [J]. *Materials Science and Engineering C*, 2003, **23**(1-2):301~306
- S. Iraj Najafi, T. Touam, R. Sara *et al.*. Sol-Gel glass waveguides and gratings on silicon [J]. *J. Lightwave Technol.*, 1998, **16**(9):1640~1646
- Kohji Mitsubayashi, Takuo Kon, Yuki Hashimoto. Optical biosniffer for ethanol vapor using an oxygen-sensitive optical fiber [J]. *Biosensors and Bioelectronics*, 2003, **19**(3):193~198
- F. Abdelmalek, J. M. Chovelon, M. Lacroix *et al.*. Optical fibre sensors sensitized by phenyl-modified porous silica prepared by sol-gel [J]. *Sensors and Actuators B*, 1999, **56**(3):234~242
- Kamel Cherif, Jan Mrazek, Salwa Hleli *et al.*. Detection of aromatic hydrocarbons in air and water by using xerogel layers coated on PCS fibers excited by an inclined collimated beam [J]. *Sensors and Actuators B*, 2003, **95**(1-3):97~106
- Pang Fufei, Han Xiuyou, Cai Haiwen *et al.*. Experiment study of low loss organic-inorganic waveguide [J]. *Acta Photonica Sinica*, 2006, **35**(4):509~512  
庞拂飞, 韩秀友, 蔡海文 等. 低损耗有机无机混合溶胶凝胶波导的实验研究 [J]. *光子学报*, 2006, **35**(4):509~512
- G. Hanisch, R. P. Podgorssek, H. Franke. Origin of optical anisotropy in planar polymer waveguides [J]. *Sensors and Actuators B*, 1998, **51**(1-3):348~354
- Feng Liu, Qing Ye, Fufei Pang *et al.*. Polarization analysis and experimental implementation of PLZT electro-optical switch using fiber Sagnac interferometers [J]. *J. Opt. Soc. Am. B*, 2006, **23**(4):709~713