

光纤频移干涉腔衰荡折射率传感方法研究

张浩然, 周次明, 范典*, 周爱, 赵雨佳

武汉理工大学光纤传感技术国家工程实验室, 湖北 武汉 430070

摘要 研究了一种基于频移干涉原理的新型连续波光纤腔衰荡液体折射率传感方法, 采用熔融拉锥方法制作锥形光纤传感探头, 并对不同浓度下液体的折射率进行了实验研究。结果表明, 溶液质量分数小于 9% 时, NaCl 和葡萄糖溶液的探测灵敏度分别为 $3.779 \text{ dB} \cdot \text{RIU}^{-1}$ 和 $6.413 \text{ dB} \cdot \text{RIU}^{-1}$ (RIU 为折射率单元), 系统的最低检测限为 10^{-4} 。在 40 min 的连续观察时间内, 腔内损耗的标准差小于 0.4%, 系统表现出良好的稳定性。与传统技术相比, 该技术无需高速探测设备, 降低了对硬件设备的要求。该系统具有结构简单、成本低、灵敏度高等优点, 在化学探测、生物传感领域具有一定的应用前景。

关键词 光纤光学; 光纤传感器; 光通信; 折射率传感; 锥形光纤; 频移干涉

中图分类号 TN29

文献标识码 A

doi: 10.3788/LOP56.170627

Fiber Cavity Ring-Down Refractive Index Sensing Method Based on Frequency-Shifted Interferometry

Zhang Haoran, Zhou Ciming, Fan Dian*, Zhou Ai, Zhao Yujia

National Engineering Laboratory for Fiber Optic Sensing Technology, Wuhan University of Technology,
Wuhan, Hubei 430070, China

Abstract A novel continuous-wave fiber optics cavity ring-down refractive index sensing method based on the frequency-shifted interferometry is researched. We made a sensor by using a section of fused fiber optics taper in the fiber ring-down cavity to experimentally study the refractive index of liquids at different concentrations. The experimental results show that the detection sensitivities of NaCl and glucose solutions are $3.779 \text{ dB} \cdot \text{RIU}^{-1}$ and $6.413 \text{ dB} \cdot \text{RIU}^{-1}$ (RIU is refractivity unit), respectively, in the range of solution mass fraction less than 9%, and the minimum detection limit of the system is 10^{-4} . The relative deviation of measured cavity loss is less than 0.4% over 40 min continuous observation, showing good stability. In contrast to conventional cavity ring-down schemes, the frequency-shifted interferometry does not require fast detection electronics and reduces the need for hardware devices. The sensing system has the advantages of simple structure, low cost and high sensitivity, and has some application prospects of chemical detection and biosensing.

Key words fiber optics; fiber optics sensors; optical communications; refractive index sensing; tapered fiber; frequency-shifted interferometry

OCIS codes 060.2370; 060.2330

1 引言

折射率是物质的一个重要光学参数, 对其的精确测量可广泛应用在化学、生物、医学领域。传统的折射率测量方式主要有全反射临界角法^[1]、偏振差分法^[2]和表面等离子体共振法^[3]。随着科学技术的

发展, 对折射率测量的要求也越来越高, 传统测量方法存在对外界环境扰动敏感、光学器件易被腐蚀、抗电磁干扰差的缺点, 而光纤折射率传感器因可以克服上述缺点而发展迅速。常见的光纤折射率传感器结构主要有光纤光栅^[4-7]、法布里-珀罗干涉仪^[8-9]、马赫-曾德尔干涉仪^[10]和光纤衰荡腔, 其中光纤衰

收稿日期: 2019-03-18; 修回日期: 2019-03-24; 录用日期: 2019-04-25

基金项目: 国家自然科学基金(61775173, 61377091, 61505152)、中国预研领域基金(6140243010116QT69001)

* E-mail: fandian@whut.edu.cn

荡腔结构由于结构简单、灵敏度高、可靠性好等优点得到广泛应用。1984年,Anderson等^[11]第一次提出腔衰荡光谱(CRDS)技术。该技术通过测量光强的衰减速度以表征腔内损耗的大小,降低对光源噪声的灵敏度,提升系统的灵敏度和稳定性,而信噪比也得到提高^[12]。2001年,Stewart等^[13]首次将光纤和CRDS技术相结合,提出了光纤腔衰荡光谱(FCRDS)技术。该技术往往采用脉冲光作为光源,需高速探测器以检测衰荡信号。至今,FCRDS技术在众多领域已有很多研究成果^[14-15],其中包括折射率测量领域^[14-20]。为了降低对高速探测器的要求,Qi等^[21]提出频移干涉(FSI)技术,并对其原理进行透彻分析。该技术采用声光调制器(AOM)作为频移器,以连续光作为光源,去除对脉冲光和高速探测器的限制,降低系统的成本。2011年,Ye等^[22]使用频移干涉腔衰荡(FSI-CRD)技术,成功测量光纤在圆柱体上缠绕圈数的弯曲损耗,灵敏度达到 $0.172 \text{ dB} \cdot \text{m}^{-1}$ 。2013年,Ye等^[23]在这项技术的基础上,将腔内经过化学腐蚀的一段单模光纤作为传感单元,成功实现1-辛炔气体的浓度测量,最小探测极限达到0.06%。2014年,本课题组Tian等^[24]基于FSI-CRD技术,采用化学腐蚀法制作锥形光纤探头,基于锥形光纤激发的倏逝场对介质折射率变化敏感的特性,成功测量磁流体的折射率,灵敏度可达到 $0.00105 \text{ dB} \cdot \text{Gs}^{-1}$ 。2015年,Tian等^[25]将这项技术与双波长光学差分吸收方法相结合,实现了对乙炔气体的浓度测量。2018年,Ou等^[26]基于FSI-CRD技术实现了压力的测量,测量范围为 $0 \sim 10.4 \text{ MPa}$,灵敏度为 $0.02356 \text{ km} \cdot \text{MPa}^{-1}$ 。由此可见,频移干涉光纤腔衰荡已在一些领域获得比较好的成果,但是否可以使用不同类型的传感探头测量其他参数还有待探索。

锥形光纤由于其体积小、适用性强等特点被广泛应用于光纤传感器的制作,常见的制作方法有化学腐蚀法和熔融拉锥法两种。其中氢氟酸腐蚀光纤的过程复杂,耗时长,且无法实现批量和可重复性的制备,并需要在通风橱下进行实验操作,危险性高,操作难度大。该方法制作的光纤表面粗糙,容易发生断裂。与化学腐蚀方法相比,熔融拉锥方法制作更为简单,过程更为可控,可实现锥形光纤的批量制备。另一方面,该方法无需强腐蚀性液体的参与,降低了制备的危险性和制作成本。

本文采用熔融拉锥方法制作倏逝场锥形光纤探

头,基于频移干涉光纤腔衰荡方法构建液体折射率传感系统。该系统由宽带光源(ASE)、AOM和普通过慢速探测器组成。一方面利用频移干涉技术无需高速探测器的特点,降低了腔衰荡系统的硬件成本;另一方面利用熔融拉锥方法大大简化了传感探头的制作过程,降低制作成本。利用拉锥光纤激发的倏逝场,对葡萄糖和NaCl溶液制成的实验样品进行测量,研究传感器系统对折射率变化的灵敏度。在溶液质量分数小于9%时,两种溶液的折射率变化与腔内损耗有很好的线性关系,并得到系统的最低检测限为 10^{-4} 。实验结果表明,该传感系统可对液体折射率变化进行精确测量,且系统稳定性高。

2 基本原理

FSI-CRD系统检测在频移光纤Sagnac干涉仪中互为反向传播光波的干涉信号。图1所示为频移干涉光纤腔衰荡传感系统的结构示意图。衰荡腔由两对99.5/0.5的光纤耦合器和约为60m的普通单模光纤构成。宽带光源采用ASE-C&L-20,输出功率为5mW。由ASE发出的光被50/50的耦合器分成两束进入到环中。环中AOM(AMM-100-20-25-1550-2FP, Brimrose, 美国)的扫频范围设置为90~110MHz,扫频步进为0.02MHz。两束干涉信号通过平衡探测器PD(Model 2117, New Focus, 美国)进行探测以消除直流噪声,之后由采集卡DAQ(USB-6361, NI, 美国)记录数据。两个偏振控制器PC₁和PC₂用于调节系统偏振态以改善采集到的衰荡信号。通过Labview程序对采集到的数据进行解调和处理,并控制AOM和DAQ之间的同步。而传感过程如下:连续光源发出的光经过耦合器C₁被平均分成两束,一束经过 l_1 到达高分光比耦合器C₂,其中一部分光进入 l_2 到达高分光比耦合器C₃,而一大部分光进入 l_3 ,在环内继续循环。然后一小部分光进入 l_4 ,AOM为这一小部分光施加一个频移量 f ,即光的频率变为 $\nu+f$,之后再经过 l_5 到达耦合器C₁处。被耦合器C₁平分的另一束光传播途径分析方法与上述光相同,只是传输方向相反。这束光先经过 l_5 然后到达AOM,产生频移量 f ,频率也变为 $\nu+f$ 。再进入衰荡腔内进行循环,一小部分光通过 l_1 到达耦合器C₁。当光源的相干长度小于腔长时,只有传播相同圈数的两束反向光波之间会发生干涉。此时,干涉仪的两个输出端口的差分干涉信号可表示为^[22-23]

$$\Delta I \propto \sum_m I_m \cos \left[2\pi \frac{n(mL + L_0)}{c} f \right] = \sum_m I_0 \cdot$$

$$\exp[-(\alpha \cdot l - \lg \kappa_c) \cdot m] \cos(2\pi F_m f), \quad (1)$$

式中: L 为衰荡腔腔长; L_0 为常量; m 为光波在腔内传播的圈数; I_m 为传播过 m 圈的干涉光强; n 为单模光纤的有效折射率; f 为 AOM 的偏移量; c 为光在真空中的光速; F_m 为余弦函数的震荡频率; I_0 为初始光强; α 为传感器的衰减系数; l 为传

感器的长度; κ_c 为衰荡腔的空腔传输系数。对差分干涉信号 ΔI 进行快速傅里叶变换(FFT), 可得到光强随频率衰减的傅里叶谱。由此可得到腔内的吸收损耗为

$$\delta = 10 \lg e \cdot L \cdot \left(\frac{\alpha_c + \alpha_\tau}{L} \right). \quad (2)$$

式中: e 为自然常数; α_c 为空腔的吸收系数; α_τ 为腔内被测物质的吸收系数。

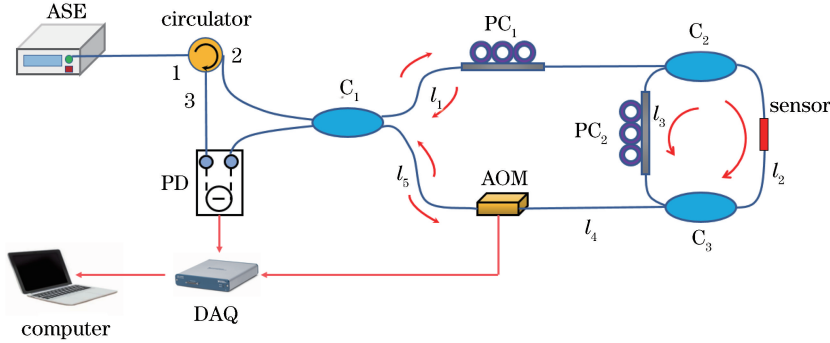


图 1 FSI-CRD 传感系统图

Fig. 1 Experimental setup for FSI-CRD sensing

光在光纤中传播时, 在纤芯和包层界面会发生全反射, 此时在包层中依然存在一部分具有快速衰减特性的光波, 称为倏逝波。将采用锥形光纤作为传感单元, 其具有可延伸到周围的大范围倏逝场, 且光导特性取决于其结构和周围环境的折射率, 而周围介质的吸收和折射率的变化会引起其传输损耗的变化。

3 实验研究

图 2 为锥形光纤的结构示意图。使用的锥形光纤是一段去除涂覆层的普通单模光纤, 在氢氧焰加热下处于熔融状态并通过拉锥方法制成, 拉伸长度为 $11500 \mu\text{m}$, 最细处束腰直径为 $22.26 \mu\text{m}$ 。为降低外界环境对拉锥过程的影响, 将在无风条件下进行。由于制备好的锥形光纤极其脆弱, 所以将其直接封装在半封闭型 U 型管中, 而光纤两端用紫外胶

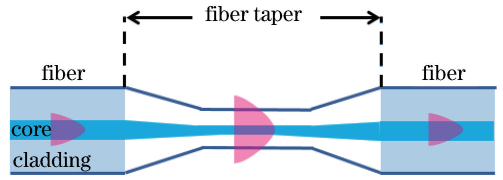


图 2 锥形光纤结构示意图

Fig. 2 Schematic of fiber taper

固定。

传感探头锥形区域较长且锥腰直径较小, 为了展现整段锥形光纤的全貌, 利用光学显微镜对光纤拍摄一组图片。图 3 所示为锥形光纤的一组光学显微图。图 3(a) 为锥形光纤的首段, 光纤直径为 $125 \mu\text{m}$, 与普通单模光纤相同。图 3(b)~3(e) 为光纤腰锥与首段之间的部分, 可以看出光纤逐渐变细。图 3(f) 为锥形光纤的腰锥部分, 最小直径为 $20.62 \mu\text{m}$ 。

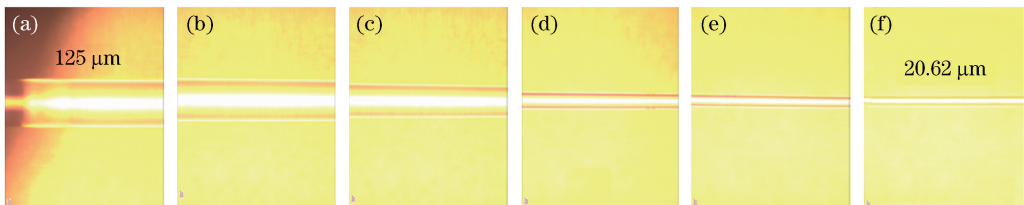


图 3 锥形光纤锥腰显微图。(a) 前段; (b)~(e) 中段; (f) 尾端

Fig. 3 Microscopic images of fiber taper. (a) Front section; (b)-(e) middle section; (f) tail section

在折射率测量实验中,采用 NaCl 和葡萄糖溶液作为标准样品,浓度为 $0.1 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。将封装好的传感探头放入容器中,先滴入 0.2 mL 去离子水,再滴入 0.1 mL 的葡萄糖样品溶液;NaCl 溶液的实验中则为向 0.1 mL 去离子水中滴入 0.1 mL NaCl 样品溶液。图 4 为锥形光纤置于去离子水中的初始衰荡曲线。腔长直接由两个峰的间距计算得到,腔长为 67.1 m ,图中虚线为峰值的指数拟合曲线,腔内损耗由前 25 个峰的拟合结果计算得到,腔内损耗为 0.5765 dB 。

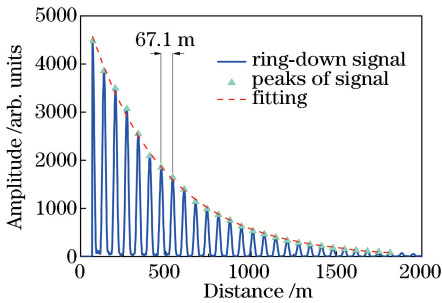


图 4 锥形光纤置于去离子水中的初始衰荡曲线
Fig. 4 Initial decay curve with the taper immersed in deionized water

为了测量溶液浓度实时变化的腔内损耗,FSI-CRD 系统设定为每 5 s 记录一个腔内损耗值。由 FSI-CRD 方法测量的瞬时腔内损耗变化如图 5 所示。在测量过程中,滴入样品溶液后静置一段时间,直到混合均匀后再加入新的溶液,并对每次加入新

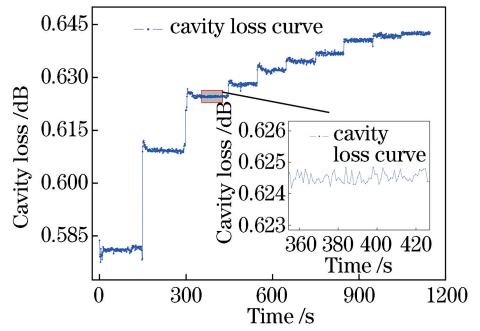


图 5 当锥形光纤浸入去离子水中并加入葡萄糖溶液时的瞬时腔内损耗变化

Fig. 5 Transient cavity loss with the taper immersed in deionized water followed by the additions of glucose solutions

溶液前记录的 20 个损耗数据点进行平均计算得到当前溶液浓度下的腔内损耗。如图 5 所示,FSI-CRD 方法可精确分辨出高浓度溶液和低浓度溶液混合的过程。在添加高浓度溶液后,腔内损耗先升高后降低,在溶液充分混合之后,腔内损耗趋于稳定。图中的阶梯上升曲线可清楚地表现出由溶液浓度增加而引起的腔内损耗增加。由同一液体浓度下一段时间采集到的数据波动可知,系统的噪声水平为 $5 \times 10^{-4} \text{ dB}$ 。

图 6 为不同溶液不同浓度下的衰荡峰值拟合曲线。从拟合曲线中均可看出,溶液浓度越大,衰荡信号衰减得越快,对应的衰荡距离越短,腔内的损耗越大。

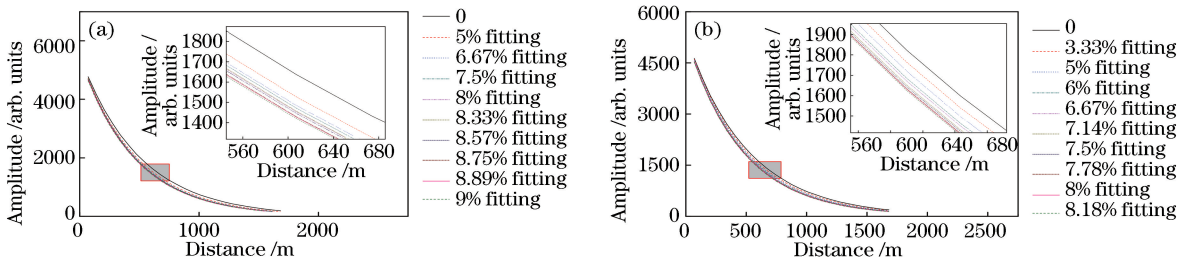


图 6 不同浓度下衰荡光谱峰值点的拟合曲线。(a)葡萄糖;(b) NaCl

Fig. 6 Fitting curves of the ring-down spectrum peak points under different concentration. (a) Glucose; (b) NaCl

在每个溶液浓度下,待腔内损耗基本稳定后,由 20 组数据的平均值确定腔内损耗。当溶液质量分数小于 9% 时,将液体浓度和腔内损耗进行拟合可得到很好的线性关系。图 7 所示为葡萄糖溶液和 NaCl 溶液浓度与腔内损耗的关系曲线。溶液的折射率随溶液浓度的增加而变大并可由溶液的浓度推算^[17]。计算得葡萄糖溶液折射率的探测灵敏度为 $6.413 \text{ dB} \cdot \text{RIU}^{-1}$,NaCl 溶液折射率的探测灵敏度为 $3.779 \text{ dB} \cdot \text{RIU}^{-1}$ 。葡萄糖溶液的吸收波长在所

用光源的波段内,除折射率变化对损耗的影响外,还有吸收作用对损耗也会造成影响,使灵敏度数值变大。而 NaCl 溶液吸收波长不在此波段内,所以仅有折射率变化会对损耗造成影响,比葡萄糖溶液的灵敏度低了 $2.634 \text{ dB} \cdot \text{RIU}^{-1}$ ^[23]。

以上实验均在室温下完成,在每次实验后使用去离子水清洗锥形光纤。每次清洗后在水中的腔内损耗都会有所变动,推测原因为水的表面张力导致锥体受损。实验系统对光的偏振态影响较为敏感,

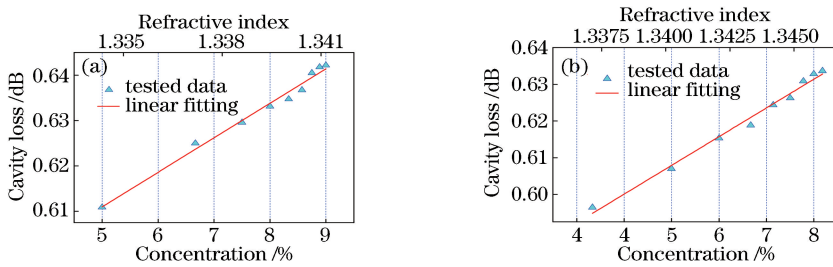


图7 腔内损耗与液体浓度的关系。(a)葡萄糖;(b) NaCl

Fig. 7 Relationship between the cavity loss and concentration. (a) Glucose; (b) NaCl

为保证数据的可靠性,实验数据均在同一偏振态下测量。当锥体浸泡在水中时,从连续的腔内损耗测量中可观察到良好的系统稳定性。在40 min内的连续观察中,腔内损耗的标准差小于0.4%。

FSI-CRD方法通过检测系统的衰荡距离得到腔内损耗的数值,光源的稳定性对实验结果的影响较小^[23]。由于系统的噪声水平为 5×10^{-4} dB,根据系统的探测灵敏度得到系统的最低检测限为 10^{-4} 。该实验结果证明了使用FSI-CRD与熔融拉锥光纤相结合方法可准确测量溶液折射率。与已报道的折射率FCRD测量方法相比,FSI-CRD系统更为简单,设备要求更低,测量精度相近或有所提升^[14-19,23],而实验中采用的锥形光纤的参数可进一步优化。理论上,拉锥的束腰越细,长度越长,传感器的灵敏度越高,但同时会导致探头的插入损耗变大,减少可观察到的干涉峰个数,如何找到一个恰当的参数需要进一步研究和探索。

4 结 论

研究了一种基于频移干涉方法的光纤腔衰荡液体折射率传感器,利用锥形光纤对周围环境折射率变化敏感的特性,对葡萄糖溶液和NaCl溶液进行定量测量。与传统的腔衰荡技术相比,该方法采用连续光作为光源,无需高速的探测器对信号进行检测。频移干涉光纤腔衰荡技术可清楚地检测到由吸收或折射率变化导致的微小腔内损耗变化。在溶液质量分数小于9%时,溶液浓度与腔内损耗有很好的线性关系,与倏逝场理论相吻合。在40 min内,腔内损耗变化的标准差小于0.4%,系统的稳定性和可靠性得到证明。从现有的实验结果可以看出,频移干涉光纤腔衰荡传感方法在敏感的化学传感或生物传感等领域具有一定的应用前景。

参 考 文 献

[1] García-Valenzuela A, Peña-Gómar M, García-

Segundo C, *et al.* Dynamic reflectometry near the critical angle for high-resolution sensing of the index of refraction[J]. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 1998, 52(3): 236-242.

- [2] Lai J C, Zhang Y Y, Li Z H, *et al.* Complex refractive index measurement of biological tissues by attenuated total reflection ellipsometry[J]. *Applied Optics*, 2010, 49(16): 3235-3238.
- [3] Monzón-Hernández D, Villatoro J. High-resolution refractive index sensing by means of a multiple-peak surface plasmon resonance optical fiber sensor[J]. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2006, 115(1): 227-231.
- [4] Han M, Guo F W, Lu Y F. Optical fiber refractometer based on cladding-mode Bragg grating[J]. *Optics Letters*, 2010, 35(3): 399-401.
- [5] Allsop T, Reeves R, Webb D J, *et al.* A high sensitivity refractometer based upon a long period grating Mach-Zehnder interferometer[J]. *Review of Scientific Instruments*, 2002, 73(4): 1702-1705.
- [6] Huang M, Gu C S, Sun B, *et al.* Refractive index sensor based on tilted-fiber Bragg grating coated with graphene[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2017, 44(12): 1210001.
- 黄梦, 顾昌晟, 孙兵, 等. 基于石墨烯涂覆倾斜光纤光栅的折射率传感[J]. *中国激光*, 2017, 44(12): 1210001.
- [7] Peng X L, Li B, Li Y L. Research progress of refractive index and concentration sensors based on micro-nanofiber Bragg grating[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2018, 55(12): 120010.
- 彭星玲, 李兵, 李玉龙. 微纳光纤布拉格光栅折射率与浓度传感器研究进展[J]. *激光与光电子学进展*, 2018, 55(12): 120010.
- [8] Frazão O, Caldas P, Santos J L, *et al.* Fabry-Perot refractometer based on an end-of-fiber polymer tip[J]. *Optics Letters*, 2009, 34(16): 2474-2476.
- [9] Song P, Jing Z G, Li A, *et al.* Refractive index measurement of liquid based on open fiber Fabry-

- Perot interferometer[J]. Chinese Journal of Lasers, 2017, 44(12): 1204007.
- 宋鹏, 荆振国, 李昂, 等. 基于光纤开放式法布里-珀罗干涉仪的液体折射率测量[J]. 中国激光, 2017, 44(12): 1204007.
- [10] Wang Y, Yang M W, Wang D N, *et al.* Fiber in-line Mach-Zehnder interferometer fabricated by femtosecond laser micromachining for refractive index measurement with high sensitivity[J]. Journal of the Optical Society of America B, 2010, 27(3): 370-374.
- [11] Anderson D Z, Frisch J C, Masser C S. Mirror reflectometer based on optical cavity decay time[J]. Applied Optics, 1984, 23(8): 1238-1245.
- [12] Berden G, Engeln R. Cavity ring-down spectroscopy: techniques and applications [M]. Great Britain: Wiley-Blackwell, 2009: 2-5.
- [13] Stewart G, Atherton K, Yu H B, *et al.* An investigation of an optical fibre amplifier loop for intra-cavity and ring-down cavity loss measurements [J]. Measurement Science and Technology, 2001, 12(7): 843-849.
- [14] Tan Z Q, Long X W, Zhang B. Detector's response characteristic and its influence on metrical result of continuous-wave cavity ring-down technique [J]. Chinese Journal of Lasers, 2009, 36(4): 959-963.
谭中奇, 龙兴武, 张斌. 探测器的响应特性及对连续波腔衰荡技术测量的影响[J]. 中国激光, 2009, 36(4): 959-963.
- [15] Shang J B, Zhang W G, Wei S L. Temperature sensor of fiber micro-cavity based on cavity ring-down spectroscopy technology [J]. Chinese Journal of Lasers, 2011, 38(9): 0905004.
尚佳彬, 张伟刚, 魏石磊. 基于腔衰荡光谱技术的光纤微腔温度传感器[J]. 中国激光, 2011, 38(9): 0905004.
- [16] Ni N, Chan C C, Xia L, *et al.* Fiber cavity ring-down refractive index sensor [J]. IEEE Photonics Technology Letters, 2008, 20(16): 1351-1353.
- [17] Wang C J, Herath C. High-sensitivity fiber-loop ringdown evanescent-field index sensors using single-mode fiber[J]. Optics Letters, 2010, 35(10): 1629-1631.
- [18] Zhou K M, Webb D J, Mou C B, *et al.* Optical fiber cavity ring down measurement of refractive index with a microchannel drilled by femtosecond laser[J]. IEEE Photonics Technology Letters, 2009, 21(22): 1653-1655.
- [19] Wong W C, Zhou W J, Chan C C, *et al.* Cavity ringdown refractive index sensor using photonic crystal fiber interferometer [J]. Sensors and Actuators B: Chemical, 2012, 161(1): 108-113.
- [20] Paul P H, Kychakoff G. Fiber-optic evanescent field absorption sensor [J]. Applied Physics Letters, 1987, 51(1): 12-14.
- [21] Qi B, Qian L, Tausz A, *et al.* Frequency-shifted Mach-Zehnder interferometer for locating multiple weak reflections along a fiber link [J]. IEEE Photonics Technology Letters, 2006, 18(1): 295-297.
- [22] Ye F, Qi B, Qian L. Continuous-wave fiber cavity ring-down measurements using frequency-shifted interferometry[J]. Optics Letters, 2011, 36(11): 2080-2082.
- [23] Ye F, Zhou C M, Qi B, *et al.* Continuous-wave cavity ring-down evanescent-field sensing with a broadband source based on frequency-shifted interferometry [J]. Sensors and Actuators B: Chemical, 2013, 184: 150-155.
- [24] Tian H, Zhou C M, Fan D, *et al.* Continuous-wave fiber cavity ring-down magnetic field sensing method based on frequency-shifted interferometry [J]. Chinese Optics Letters, 2014, 12(12): 120604.
- [25] Tian H, Zhou C M, Fan D, *et al.* Continuous-wave frequency-shifted interferometry cavity ring-down gas sensing with differential optical absorption[J]. IEEE Photonics Journal, 2015, 7(3): 2600410.
- [26] Ou Y W, Cheng C F, Chen Z H, *et al.* Continuous-wave fiber cavity ringdown pressure sensing based on frequency-shifted interferometry[J]. Sensors, 2018, 18(4): 1207.