

基于激光自混合干涉技术的单个微纳颗粒探测

张晨^{1,2}, 陈涛^{1,2}, 赵宇^{1,2*}

¹北京工业大学激光工程研究院, 北京 100124;

²北京市激光应用技术工程技术研究中心, 北京 100124

摘要 提出了一种结构简单、易准直、能探测单个微纳颗粒的激光自混合干涉(SMI)探测方法。建立了单个颗粒产生的激光 SMI 信号模型,理论分析了干涉信号的特征,搭建了微流控颗粒探测系统。采用自主开发的 LabVIEW 程序进行聚苯乙烯颗粒的探测实验和信号采集,并从时域和频域两方面分析了单个粒子的直径。结果表明,本方法能有效探测和区分直径为 0.5~10 μm 范围内的聚苯乙烯微球颗粒。

关键词 激光自混合干涉; 微流控芯片; 微纳颗粒; 光学探测

中图分类号 TN247

文献标志码 A

doi: 10.3788/LOP57.192803

Single Micro-Nano Particle Detection Based on Laser Self-Mixing Interference Technology

Zhang Chen^{1,2}, Chen Tao^{1,2}, Zhao Yu^{1,2*}

¹Institute of Laser Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124 China;

²Beijing Research Center of Laser Application and Engineering, Beijing 100124 China

Abstract This paper proposes a laser self-mixing interference (SMI) detection method that simple structure, easy collimation, and can detect single micro-nano particle. A laser SMI signal model generated by a single particle is established, the characteristics of the interference signal are theoretically analyzed, and a microfluidic particle detection system is built. Self-developed LabVIEW program is used to carry out detection experiment and signal acquisition of polystyrene particles, and the diameter of a single particle is analyzed from both the time-domain and frequency-domain. The results show that the method can effectively detect and distinguish polystyrene microspheres with diameters ranging from 0.5–10 μm .

Key words laser self-mixing interference; microfluidic chip; micro-nano particles; optical detection

OCIS codes 120.3180; 280.2490; 280.1415; 250.7260

1 引言

随着微纳加工制造技术的发展,功能性微纳颗粒在各个领域都发挥着重要作用。微纳颗粒的物理性质与直径有十分紧密的关系,如特定材料微纳颗粒表面的量子束缚特性、离子共振特性、超顺磁性。因此,单个微纳颗粒的直径测量在医学、化学、能源等领域具有重要的科研价值^[1-2]。激光自混合干涉(SMI)探测技术作为一种新兴的相干探测技术,具有精度高、结构简单、易准直等优点,

在测量 nm 量级的位移、振幅等领域得到了广泛应用^[3],但目前基于激光 SMI 原理的单个颗粒分析检测成果较少。

针对上述问题,本文根据激光 SMI 原理,研究了颗粒散射光对激光输出功率波动的调制作用规律,阐述了颗粒直径对激光 SMI 信号的影响^[4]。利用微流控芯片,使微纳颗粒稳定运动,以降低误差。使待探测颗粒逐个通过探测区域,实现对单个颗粒直径的测量。提出了激光自混合功率信号特征函数,对单个颗粒的瞬时散射特征进行采集,并分析信

收稿日期: 2020-01-11; 修回日期: 2020-02-11; 录用日期: 2020-02-18

基金项目: 国家自然科学基金(61905005)、北京自然科学基金(4194071)、北京教委重点项目(KZ201910005009)

* E-mail: zhaoyuile@bjut.edu.cn

号特征。最后设计了合理的探测装置进行颗粒探测实验,以验证本方法的可行性。

2 基本原理

2.1 微纳颗粒探测的激光自混合干涉原理

颗粒散射引发激光 SMI 现象的原理:单个颗粒以一定速度运动到激光照射区域时,一部分散射光重新回馈到激光腔内并与原有激光模式进行混合干涉,引起激光器的输出功率等参数发生变化^[5]。根据激光腔的自洽性可知,整个系统在准稳定状态下可等效为两个谐振腔^[6],如图 1 所示。一个是激光器固有的谐振腔,腔长为 L_c , M_1 , M_2 分别为激光器的两个腔镜, r_1 , r_2 分别为两腔镜的反射系数;另一个谐振腔由激光器的输出腔镜 M_2 和流动颗粒组成,腔长为 L_{ext} , r_{ext} 为散射耦合系数,即颗粒回馈到激光腔内的散射光和原始入射光强的比值。

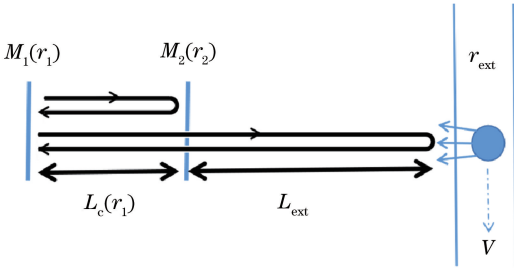


图 1 激光照射运动颗粒产生的激光 SMI

Fig. 1 Laser SMI generated by laser irradiation of moving particles

目标颗粒的运动速度 V 会使散射光频率产生多普勒频移,对激光器的输出功率进行频率调制,产生多普勒频移 f_D ^[7],可表示为

$$f_D = \frac{2 \cos \theta \cdot V}{\lambda}, \quad (1)$$

式中, λ 为激光波长, θ 为入射光线和通道法线的夹角。

由 Lang-Kobayashi 速率方程可知^[8], SMI 过程中的输出功率 $P_{SM}(t)$ 和光相位 $\varphi(t)$ 遵循

$$P_{SM}(t) = P_0 \{1 + m \cdot \cos[\varphi(t)]\}, \quad (2)$$

$$\varphi(t) = \varphi_0(t) + C \cdot \sin[\varphi(t) - \arctan(\alpha)], \quad (3)$$

式中, P_0 为初始功率, m 为调制系数, $\varphi_0(t)$ 为初始相位, $\varphi(t)$ 为反馈相位, α 为线宽增益系数, t 为时间, C 为反馈因子,表示反馈程度的强弱,与颗粒散射光重新耦合进激光腔的光强耦合效率成正比。由于颗粒直径很小,散射光强较低,且半导体激光器的

数值孔径很小,能重新耦合进激光腔内的散射光强大约只有原入射光强的 10^{-7} ^[9]。此时半导体激光器的 SMI 过程处于弱反馈状态,输出功率的信号特征类似余弦函数,反馈相位 $\varphi(t)$ 可表示为^[10]

$$\varphi(t) = 2\pi f_D t. \quad (4)$$

可将(2)式变换为

$$P_{SM}(t) = P_0 [1 + m \cos(2\pi f_D t)]. \quad (5)$$

2.2 实验系统的搭建

激光 SMI 探测的微流体系统主要包括光学探测平台、微流体平台^[11]和信号处理平台,如图 2 所示。光学探测平台由波长为 $1.31 \mu\text{m}$ 的分布式反馈半导体激光器(西安澳威激光器件有限公司: TO56),焦距为 8.0 mm 、数值孔径为 0.5 的准直聚焦透镜组(美国 Thorlabs 光电技术有限公司: C240TME-C)和电动位移台(北京江云光电科技有限公司: Y270HT)组成。激光光源可以稳定提供功率约为 1 mW 的单频激光输出,激光光束经透镜聚焦后入射到微流控芯片上。激光器封装的光电二极管可实时检测激光输出功率。通过测量二极管的电流,可得到激光 SMI 信号。利用多轴电位移平台精准控制激光器与探测物之间的角度以及光斑的位置。设 $\theta = 15^\circ$,颗粒流速为 $20 \mu\text{L}/\text{min}$ 。微流体平台包括定制的微流控芯片,其横截面积为 $150 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$,高精度机械注射泵(南京安尔科电子科技有限公司: WK-101P),可实现样品液的精确注入。信号处理平台由数据采集卡(DAQ,美国国家仪器公司: USB-6351)、计算机相关程序和印制电路板(PCB)组成。PCB 包括电源接口、稳压模块、激光器接口、反馈电流模块、信号放大模块、数据线接口,可实现激光器在 SMI 状态下的功率振荡信号输出。通过数据采集卡采集信号,调用 Matlab 中的快速傅里叶变换(FFT)函数对采集信号进行 FFT^[12]。

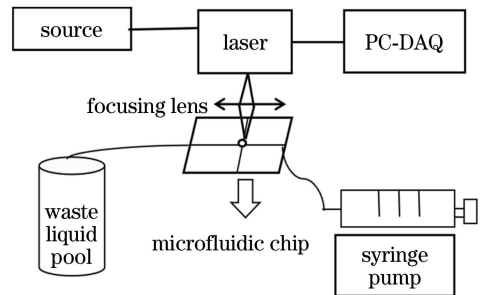


图 2 SMI 的微流体平台示意图

Fig. 2 Schematic diagram of SMI's microfluidic platform

实验前,将钢针一端扎入微流控芯片的进液、出液口,另一端与硅胶管相连,硅胶管与注射器针头相

连。一次性注射器置于注射泵上,用于注入液体。依次在微流控平台内注入异丙醇、酒精、去离子超纯水清洗 20 min,再用光学显微镜观测微流控芯片内部,保证内部洁净。选取直径分别为 10, 5, 2, 0.5 μm 的聚苯乙烯微球颗粒作为探测对象进行实验研究,聚苯乙烯微球颗粒溶液的质量浓度均为 50 mg/mL,所有颗粒都利用去离子超纯净水稀释制备成样品待测溶液。

3 分析与讨论

用上述半导体激光 SMI 探测系统对单个颗粒进行探测实验,单个流动颗粒的探测示意图如图 3 所示。在系统中分别注入制备好四种聚苯乙烯微球溶液,通过 LabVIEW 程序窗口实时观测采集、放大的光电二极管输出信号^[13],即激光 SMI 信号;再使用 Matlab 自主编写的信号处理算法程序,分析激光 SMI 信号的时域和频域特征。

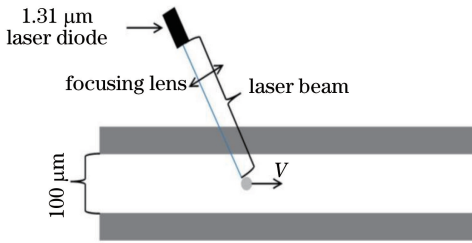


图 3 探测单个流动颗粒的示意图

Fig. 3 Schematic diagram of detecting a single flowing particle

直径为 5 μm 的颗粒产生的激光 SMI 信号时域波形如图 4 所示,可以发现,当没有颗粒流经激光照射的探测区域时,电压信号稳定在正负 100 mV 范围内,此时的噪声主要是系统机械振动产生的噪声。当有颗粒经过时,时域信号幅值瞬间增大,最大能达到 589 mV,形成单个离散的正弦振荡。将所测颗

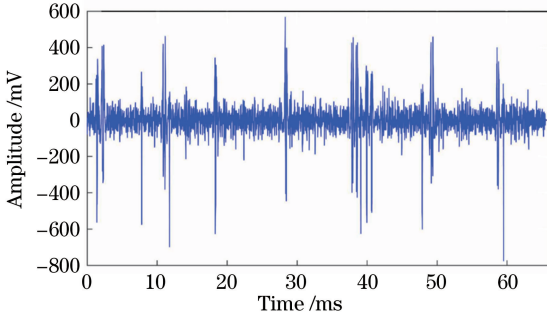


图 4 直径为 5 μm 的颗粒产生的激光 SMI 信号(时域)

Fig. 4 Laser SMI signal generated by particles with diameter of 5 μm (time-domain)

粒溶液稀释至 200 倍时,每个采样周期(67 ms)内可以稳定探测到 10 个颗粒信号。

直径为 5 μm 的颗粒产生的激光 SMI 信号频谱如图 5 所示,可以发现,在频谱上出现明显的多普勒频移峰,多普勒频移峰值为 6500 Hz。根据平均流速与设定注射泵流量的关系,计算得到样品颗粒流速的实际值为 22 mm/s。

$$v = Q/s, \quad (6)$$

式中, v 为液体和颗粒的平均流速, Q 为单位时间内流过的溶液体积, s 为通道的横截面积。对比实际频率,根据(1)式,计算出多普勒频移的理论值为 8.78×10^3 Hz。图 5 中的频率峰存在一定宽度,计算得到不同直径颗粒的频谱半峰全宽(FWHM),结果如图 6 所示。可以发现,颗粒的直径越大,频谱越宽。原因是颗粒尺寸越大,散射光分布越分散。

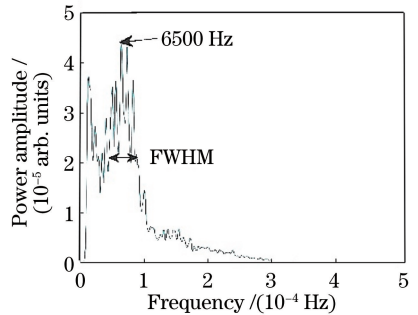


图 5 直径为 5 μm 的颗粒产生的激光 SMI 信号(频域)

Fig. 5 Laser SMI signal generated by particles with diameter of 5 μm (frequency-domain)

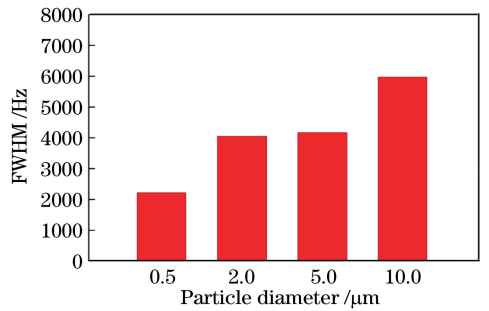


图 6 不同直径颗粒产生的激光 SMI 信号的 FWHM

Fig. 6 FWHM of laser SMI signal generated by particles of different diameters

为了分析不同直径微纳颗粒对应的信号时域特征,采集了不同直径颗粒的时域波形,如图 7 所示。图 8(a)为不同直径颗粒得到的激光 SMI 时域信号的时间脉冲宽度,可以发现,脉冲宽度随颗粒直径的增大而增大。图 8(b)为图 8(a)中含有的干涉条纹个数,可以发现,干涉条纹个数也随颗粒直径

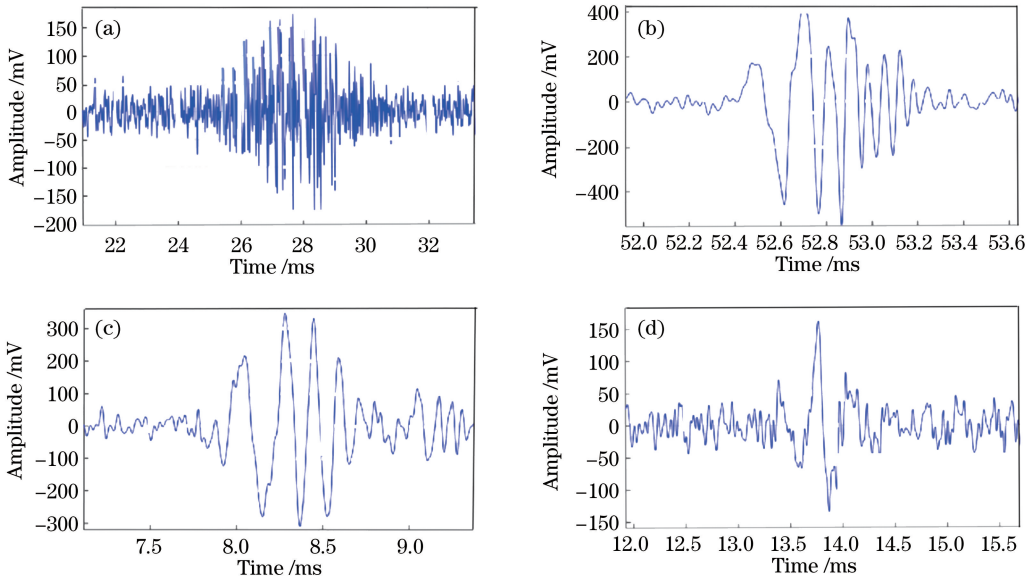


图 7 不同直径颗粒得到的时域信号波形。(a) 10 μm; (b) 5 μm; (c) 2 μm; (d) 0.5 μm

Fig. 7 Time-domain signal waveforms obtained with different particle diameters. (a) 10 μm; (b) 5 μm; (c) 2 μm; (d) 0.5 μm

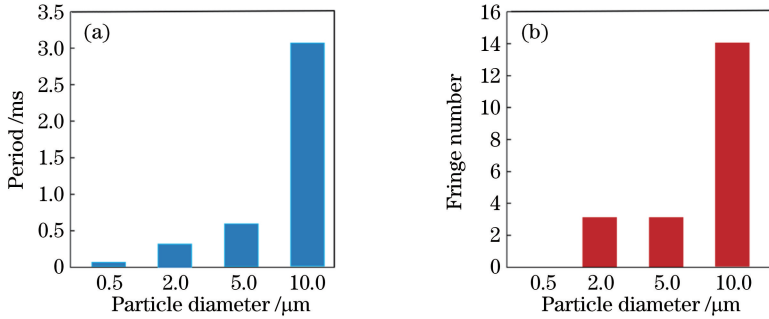


图 8 不同直径颗粒的激光 SMI 时域信号。(a) 脉冲宽度; (b) 条纹数

Fig. 8 Laser SMI time domain signals of particles with different diameters. (a) Pulse width; (b) number of fringes

的增大而增多。根据迈克尔孙干涉原理^[14],当光束在光轴方向移动半个波长,相位就相应变化 π ,时域信号出现 1 个干涉条纹。颗粒流经光束照射范围时,照射在颗粒表面上的光斑总共移动了 1 个直径的流程,颗粒直径 D 和干涉条纹数 N 、波长 λ 的关系可表示为

$$D \propto N \frac{\lambda}{2}, \quad (7)$$

式中, \propto 为成正比符号,即干涉条纹数和颗粒直径成正比关系。当颗粒直径为 0.5 μm 时,颗粒直径小于半波长(650 nm),此时颗粒流经激光探测区域时,无法形成一个完整的相位变化周期,因此,从图 7(d)中无法观察到一个完整的正弦波形。

为了验证本方法的准确性,计算分析了偏差系数(CV),可表示为

$$X_{CV} = \frac{|D_m - D_0|}{D_0}, \quad (8)$$

式中, D_0 为颗粒的实际直径, D_m 为平均测量直径。将实验数据样本代入(8)式,得到不同直径颗粒产生的激光 SMI 信号的 CV 如图 9 所示。可以发现,不同直径的颗粒平均误差均小于 5%,验证了本方法的可行性。

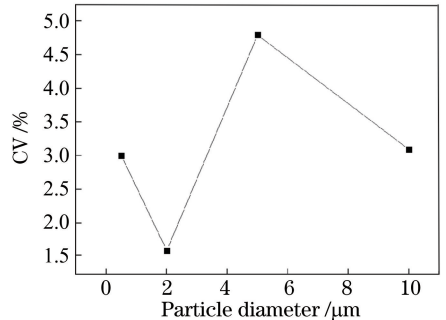


图 9 不同直径颗粒激光 SMI 信号的 CV
Fig. 9 CV of laser SMI signal of particles with different diameters

4 结 论

介绍了一种基于激光 SMI 技术的新型探测方案,通过分析 SMI 信号的特征,识别和检测不同直径的微纳颗粒。首先阐述了微纳颗粒在微流控芯片通道内流动时,经激光照射区域产生激光 SMI 信号的原理;然后设计了一套结构简单、稳定可靠的新型探测装置。用直径分别为 10,5,2,0.5 μm 的聚苯乙烯微球作为被测样品进行颗粒探测实验。从频域和时域两方面分析了不同直径颗粒产生的激光 SMI 信号特征,实验结果表明,本方法可以区分不同尺寸的颗粒。该干涉探测方法只需一条光路,无需额外的参考光路,且结构简单、造价低廉,易准直,在未来先进生物细胞探测系统和化学颗粒快速分析检测等领域有良好的应用前景。

参 考 文 献

- [1] Peter T. Airborne particle analysis for climate studies [J]. *Science*, 1996, 273(5280): 1352-1353.
- [2] Fei X, Wei G, Murray K K. Aerosol MALDI with a reflectron time-of-flight mass spectrometer [J]. *Analytical Chemistry*, 1996, 68(7): 1143-1147.
- [3] Yu Y G, Qiang X F, Wei Z L, et al. A differential displacement system using laser self mixing interference effect[J]. *Acta Optica Sinica*, 1999, 19(9): 1269-1273.
禹延光, 强锡富, 魏振禄, 等. 差动型激光自混合干涉式位移测量系统[J]. *光学学报*, 1999, 19(9): 1269-1273.
- [4] Wang H R, Shen J Q, Yu H T, et al. Inversion problem in submicron and nanometer particle sizing using laser self-mixing interferometry [J]. *Acta Optica Sinica*, 2008, 28(12): 2335-2343.
王华睿, 沈建琪, 于海涛, 等. 激光自混合干涉法亚微米及纳米颗粒测量中的反问题[J]. *光学学报*, 2008, 28(12): 2335-2343.
- [5] Ma J S, Sun X M, Qiang X F. Study on theoretical models of semiconductor laser self-mixing interference in weak optical feedback condition [J]. *Semiconductor Optoelectronics*, 1997, 18(2): 106-109.
马军山, 孙晓明, 强锡富. 半导体激光自混合干涉的弱光反馈模型[J]. *半导体光电*, 1997, 18(2): 106-109.
- [6] Otsuka K, Abe K, Sano N, et al. Two-channel self-mixing laser Doppler measurement with carrier-frequency-division multiplexing [J]. *Applied Optics*, 2005, 44(9): 1709-1714.
- [7] Lang R, Kobayashi K. External optical feedback effects on semiconductor injection laser properties [J]. *IEEE Journal of Quantum Electronics*, 1980, 16(3): 347-355.
- [8] Rathe U W. Lasers with optical feedback as displacement sensors[J]. *Optical Engineering*, 1995, 34(9): 2802.
- [9] Zhao Y, Perchoux J, Campagnolo L, et al. Optical feedback interferometry for microscale-flow sensing study: numerical simulation and experimental validation [J]. *Optics Express*, 2016, 24(21): 23849-23862.
- [10] Zhao Y, Perchoux J, Camps T, et al. Optical feedback interferometry flowmetry sensor in microfluidics chip [J]. *Proceedings*, 2017, 1(4): 507.
- [11] Wu Y Q, Yao S Y, Gao P. Fabrication of microfluidic focusing chip for bioinstrumentation[J]. *Journal of Jilin University (Information Science Edition)*, 2011, 29(1): 31-35.
吴元庆, 姚素英, 高鹏. 应用于生物检测的微流体聚焦芯片的研制[J]. *吉林大学学报(信息科学版)*, 2011, 29(1): 31-35.
- [12] Ye F Q. Matlab simulation analysis of Fourier spectrum based on FFT [J]. *Journal of Jishou University (Natural Sciences Edition)*, 2011, 32(1): 49-51, 62.
叶伏秋. 基于 FFT 的傅里叶光谱 Matlab 仿真分析[J]. *吉首大学学报(自然科学版)*, 2011, 32(1): 49-51, 62.
- [13] Yang Z R, Rao C, Zou J, et al. Study on DAQ system by using LabVIEW[J]. *Journal of Chongqing University (Natural Science Edition)*, 2004, 27(2): 32-35.
杨忠仁, 饶程, 邹建, 等. 基于 LabVIEW 数据采集系统[J]. *重庆大学学报(自然科学版)*, 2004, 27(2): 32-35.
- [14] Yang Q H, Zhou R K, Zhao B C. Tilt tolerance of the moving mirror in Michelson interferometric spectrometer[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2009, 38(3): 677-680.
杨庆华, 周仁魁, 赵葆常. 迈克尔逊干涉光谱仪动镜倾斜误差容限分析[J]. *光子学报*, 2009, 38(3): 677-680.