

激光与光电子学进展

基于双光子聚合技术的微纳长周期光纤光栅

刘培元, 刘梓轩, 曹耀宇, 宋世超, 马军, 李杰*, 关柏鸥

暨南大学光子技术研究院, 广东省光纤传感与通信技术重点实验室, 广东 广州 511486

摘要 利用飞秒激光搭建的双光子聚合系统, 成功制作出微纳长周期光纤光栅(MLPG)。该系统通过计算机控制三维位移平台完成结构的制作, 可编程实现光栅的自动化制作, 并全程监控光栅的制作过程。与传统制造方法相比, 基于双光子聚合的制造方法, 在光纤表面使光刻胶周期性的发生双光子聚合完成 MLPG 的制作。因此在形成光栅时不依赖光纤基底的变化, 该长周期光栅(LPG)结构形成于光纤外表面, 适用于不同种类光纤上的 LPG 制备。在直径为 $6.9\ \mu\text{m}$ 的微纳光纤上制造了 8 个周期为 $95\ \mu\text{m}$ 的光栅块, 在 $1331\ \text{nm}$ 波长处观察到了 $13.5\ \text{dB}$ 的传输谱损耗峰。实验结果表明, MLPG 的温度灵敏度与折射率灵敏度分别达到了 $1.39\ \text{nm}/^\circ\text{C}$ 、 $2207.89\ \text{nm}/\text{RIU}$ (RIU 为单位折射率)。

关键词 光纤光学; 微纳光纤; 长周期光栅; 双光子聚合技术

中图分类号 TN253

文献标志码 A

doi: 10.3788/LOP202158.2306006

Microfiber Long-period Grating Based on Two-photon Polymerization Technology

Liu Peiyuan, Liu Zixuan, Cao Yaoyu, Song Shichao, Ma Jun, Li Jie*, Guan Baiou

Guangdong Provincial Key Laboratory of Optical Fiber Sensing and Communications,
Institute of Photonics Technology, Jinan University, Guangzhou, Guangdong 511486, China

Abstract In this paper, a two-photon polymerization system built using a femtosecond laser was used to fabricate a microfiber long-period fiber grating (MLPG). The system uses a computer to control the three-dimensional displacement platform to complete the structure production, is programmable to realize the automatic grating production, and monitors the grating production process throughout the process. To complete the fabrication of the MLPG, the two-photon polymerization of the photoresist periodically occurs on the surface of the fiber. Compared with the traditional manufacturing method, the grating manufacturing method based on two-photon polymerization did not depend on the changes of the fiber substrate. The long-period grating can be flexibly manufactured on the outer surfaces of different types of fibers. As an example, we fabricated eight grating blocks with a $95\ \mu\text{m}$ period on a microfiber with $6.9\ \mu\text{m}$ diameter. At $1331\ \text{nm}$, a transmission spectrum loss peak of $13.5\ \text{dB}$ is observed. The experimental results show that the temperature and refractive index sensitivities of the MLPG are as high as $1.39\ \text{nm}/^\circ\text{C}$ and $2207.89\ \text{nm}/\text{RIU}$ (RIU is the unit refractive index), respectively.

Key words fiber optics; microfiber; long period grating; two-photon polymerization technology

OCIS codes 060.2310; 060.2280; 060.2370; 160.4670

收稿日期: 2021-03-05; 修回日期: 2021-04-01; 录用日期: 2021-04-07

基金项目: 广东省“广东特支计划”科技创新青年拔尖优秀人才计划项目(2019TQ05X136)、广东省自然科学基金面上项目(2019A1515012100)

通信作者: *tjeli@jnu.edu.cn

1 引言

与普通光纤相比,微纳光纤具有体积小、倏逝场强、易集成等众多优势^[1],已经应用在光纤通信与光纤传感等众多领域中^[2-5]。写制长周期光栅(LPG)是一个赋予光纤更多功能的重要途径,可以进一步实现器件的集成,相对于传统的LPG,微纳长周期光纤光栅(MLPG)具有更高的灵敏度以及较小的栅区范围^[6]。目前主要的LPG写入方法有振幅掩模法、CO₂激光写入法、腐蚀刻槽法、电弧放电法以及飞秒激光直写法等^[7-12],这些方法都依赖于光纤自身发生的结构变化或折射率变化,这都会影响光纤的机械强度和柔韧性。近年来出现了在光纤外部制造LPG的方法,如点对点滴胶、刻蚀PMMA涂层、Plateau-Rayleigh instability (PRI)制造LPG等^[13-15],受限于加工方式,这些方法无法实现三维微纳结构的精密制作,对于LPG的光栅的形状、尺寸、周期的大小以及光栅的长度无法同时精确控制。

近年来光刻技术日趋成熟,可以灵活且精确的制造高分辨率三维结构,因而备受青睐。目前已有非常多的光刻方法,如电子束光刻技术、紫外光刻技术、纳米压印技术与双光子光刻技术^[16-19]等。所谓双光子加工,是指原子在同时吸收两个光子的能量后跃迁到激发态的过程,因为双光子激发过程被局限在焦点附近的很小区域,如此小的有效作用体积使得双光子加工技术能够制备出超越衍射极限的微结构。双光子光刻技术有以下明显优势:(1)加工是非接触的,使用激光直接进行加工,避免了使用其他器件所可能带来的精度问题;(2)光刻

胶在飞秒激光加工后会在加工局部发生双光子聚合,可以制造出多种三维结构,双光子聚合后的光刻胶有很高的耐热稳定性和抗刻蚀能力;(3)加工方式不局限于表面,可以穿透透明表面实现内部加工;(4)加工对实验环境的要求低,容易进行。因此,双光子聚合技术已经应用于光存储和光子晶体等光学元件的制造当中。

本文利用双光子聚合技术在微纳光纤上制作LPG。通过编程控制飞秒激光逐点刻写,在微纳光纤的表面刻写出预设周期以及大小的光栅。可以十分精确地写制LPG,并且光栅的形成与基底光纤的类型无关,为在不同类型光纤上制作长周期光栅提供了崭新的思路。另一方面,该方法实现的MLPG的灵敏度十分高,在许多传感领域都具有应用价值。

2 器件原理、制备及光谱特性

当光波在LPG中传播时,纤芯中传输的基模与同向传输的包层模($m=1,2,3\cdots$)在满足相位匹配条件时会发生耦合,从而导致传输光谱出现一系列损耗下降,形成传输谱损耗峰。模式间能量交换形成的损耗峰波长可表示为^[20]

$$\Lambda(n_{\text{eff},0} - n_{\text{eff},m}) = \lambda, \quad (1)$$

式中, $n_{\text{eff},0}$ 和 $n_{\text{eff},m}$ 分别是纤芯基模和第 m 阶包层模的有效折射率, Λ 是光栅周期, λ 为谐振波长。

利用飞秒激光搭建的双光子聚合系统如图1(a)所示,由钛蓝宝石再生放大激光系统(Coherent公司)产生的飞秒激光(800 nm, 40 fs, 1 kHz)脉冲经过衰减片(Attenuator)和控制曝光的快门(Shutter)出射,通过物镜(OBJ)对激光脉冲进

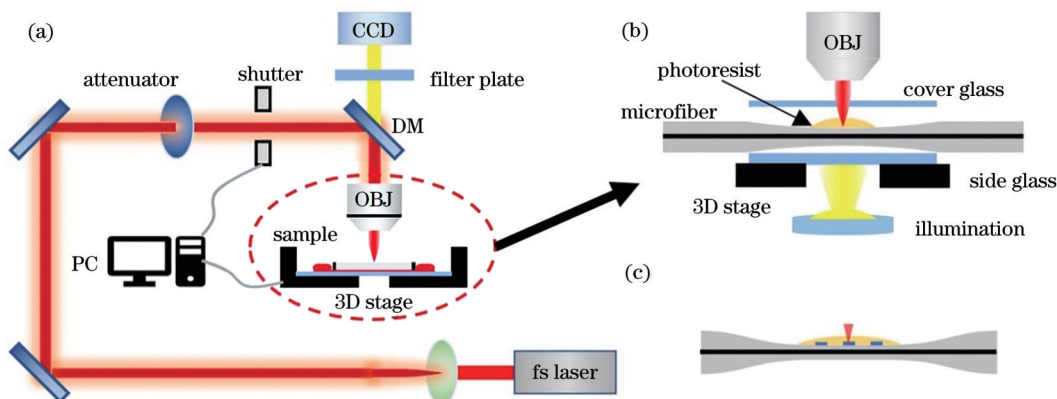


图1 基于飞秒激光的双光子聚合系统。(a)双光子聚合系统;(b)三维控制平台;(c)加工后的微纳光纤

Fig. 1 Two-photon polymerization system based on femtosecond laser. (a) Two-photon polymerization system; (b) three-dimensional control platform; (c) processed microfiber

行聚焦,聚焦后的激光照射到被水平放置在三维位移平台(3D Stage, Newport 公司 M-VP-25XL 亚微米级别)上的光纤上,三维位移平台受 LABVIEW 程序控制,整个飞秒激光加工的过程通过电荷耦合器件 CCD 相机进行实时监测。

MLPG 的具体制备过程是将预先准备好的光纤进行拉锥如图 2(b)所示,用自制的氢焰拉锥平台将商用单模光纤(Corning, SMF-28)制成实验中使用的微纳光纤(直径约为 $7\ \mu\text{m}$ 、插入损耗低于 $0.2\ \text{dB}$)。整个实验在恒温实验室($18\ ^\circ\text{C}$)内进行,拉锥装置被固定在透明的操作箱内隔绝外界环境干扰,在 MATLAB 程序中设置不同的微纳光纤直径、过渡区长度与均匀区长度,程序模拟实际结果后输出运动参数到 LABVIEW 程序以控制火焰和轴向位移平台的运动顺序和运动速率。最后在显微镜下测量拉制完成的微纳光纤直径,显微镜测量与预先程序设置直径误差在 $0.5\ \mu\text{m}$ 以内。该方法具有较高的重复性与稳定性,且拉制出的微纳光纤表面光滑、损耗低,适用于大批量的微纳光纤制备。经过氢焰拉锥后的光纤表面洁净程度很高,因此将微纳光纤拉直后固定在清洗过的载玻片上,在微纳光纤的锥区上覆盖光刻胶如图 2(c),即可进行激光加工。为了防止光刻胶污染显微镜的物镜,需要再

加盖一片盖玻片。使用 Nanoscribe 公司生产的型号为 IP-L 的光刻胶^[21],IP-L 可以制作亚微米结构并且具有较低的加工收缩率。IP-L 光刻胶是一种负性光刻胶,经过激光曝光的区域会发生聚合反应如图 2(d)所示,曝光后的结构在显影后被保留下来。光刻胶发生聚合反应可以通过显微镜清楚的观察到,因此激光加工的过程与效果都可以实时观察到。实验中使用 LABVIEW 程序控制快门开关和位移平台移动的一致性,快门可以控制飞秒激光曝光时间从而影响刻蚀长度和光栅周期,利用高精度三维位移平台控制移动轨迹实现逐列逐层的光刻胶加工,进而改变光栅结构的长度和厚度。由于加工发生在激光光斑大小的范围内,所以可通过改变三维位移平台的路径制造出任意的三维结构。未发生双光子聚合反应的光刻胶部分可以被无机溶剂彻底清除,如图 2(e)所示。图 2 是整个加工的流程,考虑到微纳光纤直径小,用异丙醇溶液浸泡光纤 45 min 以清洗掉未加工的光刻胶,再用乙醇浸泡 5 min 冲洗掉残留在光纤表面的光刻胶与异丙醇溶液,即可在光纤上留下周期分布的固化光刻胶。经过聚合反应制作的三维结构重复性很高,通过周期性的制造三维结构,在光纤表面实现 LPG 的制造。

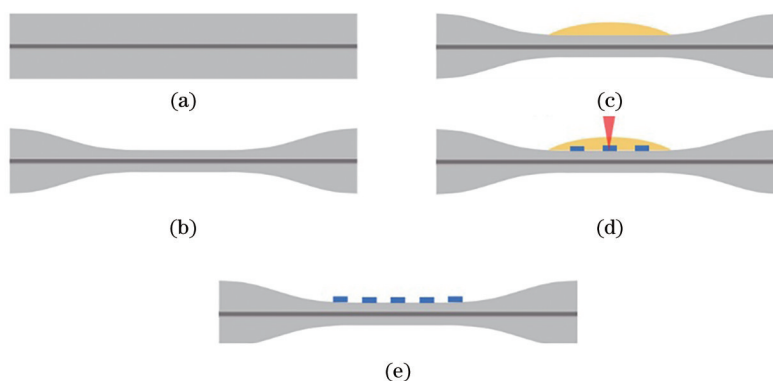


图 2 微纳长周期光纤光栅加工示意图。(a)单模光纤;(b)拉锥;(c)涂光刻胶;(d)激光加工;(e)洗掉未反应的光刻胶
Fig. 2 Schematic diagram of microfiber long-period grating processing. (a) Single mode fiber; (b) tapering a microfiber; (c) coating IP-L; (d) laser processing; (e) washing away unreacted IP-L

光栅结构的质量是形成长周期光栅的关键因素。激光功率的大小直接影响了光栅块的质量。当激光功率较低时,光栅块的厚度将相应变小,同时光栅块的附着性很低,在清洗过程中容易出现掉落或者部分贴合不紧的情况。相反,过高的激光功率会使厚度升高,光栅块的长度和宽度也会变大,附着性也显著增强。选择 $100\ \mu\text{W}$ 的激光功率进行加工。按步骤清洗干净后,使用宽带光源与光谱分

析仪测量了 MLPG 的透射光谱如图 3 所示,样品直径为 $6.9\ \mu\text{m}$,用飞秒激光加工 8 个周期的光栅块,在 $1331\ \text{nm}$ 波长处观察到了 $13.5\ \text{dB}$ 的传输谱损耗峰。

通过扫描电子显微镜(SEM)长周期光栅的结构,如图 4 所示,光栅块周期约为 $95\ \mu\text{m}$,平均厚度约为 $2.9\ \mu\text{m}$,平均长度约为 $59.8\ \mu\text{m}$,平均宽度约为 $4\ \mu\text{m}$ 。双光子聚合技术加工的光栅结构与设计误

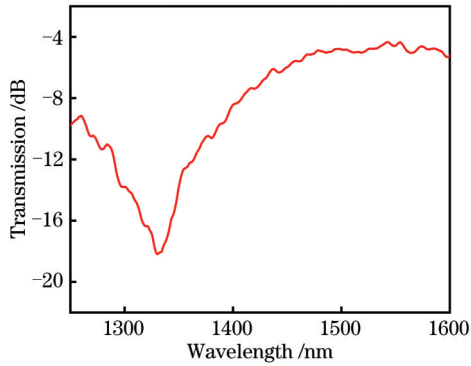


图 3 样品透射光谱

Fig. 3 Sample transmission spectrum

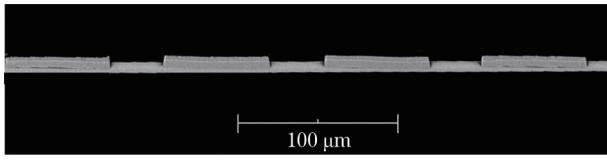


图 4 微纳长周期光纤光栅 SEM 结构图

Fig. 4 SEM structure diagram of microfiber long-period grating

差很小,周期和长度的误差相较于光斑大小可以忽略,宽度误差在光斑直径 $0.5 \mu\text{m}$ 范围内,厚度方面由于设计的光栅是长方体结构,因此无需多层加工形成特殊的上下结构,通过略微调大功率,在厚度方面一次成型从而提高结构强度,误差通过功率大小控制,功率和厚度基本为线性关系。

3 实验结果及分析

3.1 温度响应

为验证 MLPG 的传感性能,首先进行温度测试。其温度响应是基于温度变化引起的光栅结构发生膨胀以及折射率降低,进而改变了光栅的周期 Λ 的大小与有效折射率差 Δn_{eff} 的大小,MLPG 的相位匹配条件为 $\lambda_{\text{mLPG}} = \Delta n_{\text{eff}} \Lambda_{\text{mLPG}}$,其中 Δn_{eff} 为纤芯模和高阶模的有效折射率差。通过相位匹配条件推导,可以得到 MLPG 的温度响应灵敏度为

$$S_{\text{mLPG}, T} = \frac{d_{\lambda_{\text{mLPG}}}}{dT} = \lambda_{\text{mLPG}} \cdot \gamma \cdot \left(\alpha + \frac{\beta}{\Delta n} \frac{\partial \Delta n}{\partial n_{\text{si}}} \right), \quad (2)$$

式中, $d_{\lambda_{\text{mLPG}}}$ 表示透射光谱中传输谱损耗峰波长的漂移, dT 表示温度变化量, n_{si} 表示微纳光纤折射率, $n_{\text{cl}, k}$ 表示 k 级模式的包层折射率, d_{Λ} 表示栅格周期变化量, γ 表示色散系数,定义为 $\gamma = (d_{\lambda_{\text{mLPG}}} / d_{\Lambda}) / (n_{\text{eff}} - n_{\text{cl}, k})$, 且 $\Delta n = n_{\text{eff}} - n_{\text{cl}, k}$ 。

使用温控盒模拟可调的温度环境,以 $5 \text{ } ^\circ\text{C}$ 为升

温间隔将温度从 $24.8 \text{ } ^\circ\text{C}$ 逐步升高至 $74.8 \text{ } ^\circ\text{C}$,记录不同环境温度下稳定的光谱。为提高实验的准确性,用高精度电子温度计辅验证温控盒内的温度是否准确,静置 5 min 待温度稳定后测量记录光谱。如图 5 所示,随着温度的升高,MLPG 的损耗峰发生了蓝移。通过记录不同温度下损耗峰的位置来进一步研究温度变化与损耗峰漂移量之间的关系,可以观察到两者之间具有线性关系,通过计算可得该 MLPG 对温度的灵敏度达到 $1.39 \text{ nm}/^\circ\text{C}$ 。温度响应实验中使用的 MLPG 直径为 $6.9 \mu\text{m}$, 8 个周期为 $95 \mu\text{m}$ 的光栅块,平均厚度、长度、宽度分别为 $2.9, 59.8, 4 \mu\text{m}$ 。

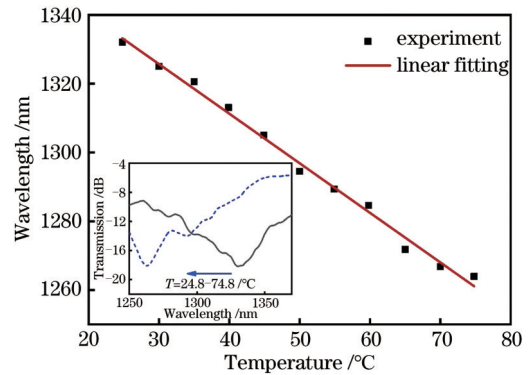


图 5 微纳长周期光纤光栅的温度响应

Fig. 5 Temperature response of microfiber long-period grating

3.2 折射率响应

与外部折射率的传感响应,灵敏度主要取决于延伸到周围介质的倏逝场。倏逝场延伸到周围介质中的深度与微纳光纤芯层和介质包层的折射率差有关,折射率差减小时,深度随之增加导致更多的能量扩散到周围介质,从而导致纤芯模和高阶模的有效折射率发生变化,产生波长漂移,对于 MLPG,其折射率响应灵敏度可以表示为

$$S_{\text{mLPG}, \text{RI}} = \frac{d_{\lambda_{\text{mLPG}}}}{d_{\text{RI}}} = \lambda_{\text{mLPG}} \gamma \frac{1}{\Delta n} \frac{\partial \Delta n}{\partial n_{\text{RI}}}, \quad (3)$$

式中, n_{RI} 表示环境介质折射率, d_{RI} 表示外界环境介质的折射率变化。

实验中为研究传感器的折射率响应特性,将 MLPG 浸泡在折射率为 1.333 的去离子水当中,用胶头滴管逐渐加入高浓度的葡萄糖溶液,将溶液折射率从 1.332 逐步提升到 1.3604,折射率每增加 0.003 记录一次光谱。为提高实验的准确性,在每次添加葡萄糖溶液时,都将充分搅拌并静置数分钟,用折射率计测量确定折射率变化,再记录稳定准确的光谱,如图 6 所示,随着折射率的升高,长周

期光栅传输谱损耗峰波长发生红移,计算可得到 MLPG 折射率灵敏度为 2207.89 nm/RIU。折射率响应实验中使用的 MLPG 直径为 7.5 μm , 12 个以 95 μm 为周期的光栅块,该光栅块平均厚度、长度、宽度约为 2.9, 35.1, 4 μm 。

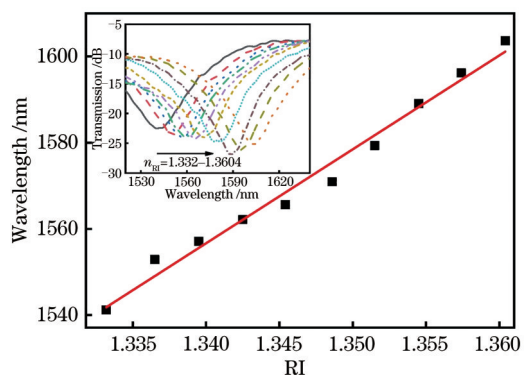


图 6 微纳长周期光纤光栅的折射率响应

Fig. 6 Refractive index response of microfiber long-period grating

由分析可知,MLPG 对温度以及折射率变化都具有较强的响应,充分证明了基于双光子聚合技术的 MLPG 的可行性。

4 结 论

本研究使用双光子聚合技术成功在微纳光纤上制造出了 LPG,通过计算机编程来控制结构的制作,具有较好的灵活度。MLPG 的温度和折射率灵敏度分别达到了 1.39 nm/ $^{\circ}\text{C}$ 和 2207.89 nm/RIU,具有较高的折射率灵敏度与温度灵敏度,可以应用在各种生物化学和温度传感领域。双光子聚合技术可以通过精确控制光栅结构的周期、长度、厚度等各种参数,来获得不同的传输谱损耗峰中心波长,并且可以穿过不透明表面。这种灵活的加工方式可以在光纤上制造更多不同的三维结构。

参 考 文 献

- [1] Tong L M, Gattass R R, Ashcom J B, et al. Subwavelength-diameter silica wires for low-loss optical wave guiding[J]. *Nature*, 2003, 426(6968): 816-819.
- [2] Wang Y P, Zhang J J, Yao J P. An optoelectronic oscillator for high sensitivity temperature sensing[J]. *IEEE Photonics Technology Letters*, 2016, 28(13): 1458-1461.
- [3] Zhang P, Liu B, Liu Z D, et al. Temperature and humidity sensor based on a graphene oxide-coated side-polished fiber Mach-Zehnder interferometer[J]. *Acta Optica Sinica*, 2021, 41(3): 0306003.
- [4] 张平, 刘彬, 刘正达, 等. 基于氧化石墨烯涂层的侧抛光纤马赫-曾德尔干涉仪温湿度传感器[J]. *光学学报*, 2021, 41(3): 0306003.
- [5] Li J J, Liu Y, Qu S L. Research progress on optical fiber functional devices fabricated by femtosecond laser micro-nano processing[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2020, 57(11): 111402.
- [6] 李金健, 刘一, 曲士良. 飞秒激光微纳加工光纤功能器件研究进展[J]. *激光与光电子学进展*, 2020, 57(11): 111402.
- [7] Ma J, He Y, Bai X, et al. Flexible microbubble-based Fabry-Pérot cavity for sensitive ultrasound detection and wide-view photoacoustic imaging[J]. *Photonics Research*, 2020, 8(10): 1558-1565.
- [8] Sun L P, Li J, Jin L, et al. Four-port microfiber long-period grating sensors[J]. *Proceedings of SPIE*, 2013, 8794: 879421.
- [9] Vengsarkar A M, Lemaire P J, Judkins J B, et al. Long-period fiber gratings as band-rejection filters[J]. *Journal of Lightwave Technology*, 1996, 14(1): 58-65.
- [10] Davis D D, Gaylord T K, Glytsis E N, et al. Long-period fibre grating fabrication with focused CO₂ laser pulses[J]. *Electronics Letters*, 1998, 34(3): 302-303.
- [11] Lin C Y, Wang L A. Loss-tunable long period fibre grating made from etched corrugation structure[J]. *Electronics Letters*, 1999, 35(21): 1872-1873.
- [12] Hwang I K, Yun S H, Kim B Y. Long-period fiber gratings based on periodic microbends[J]. *Optics Letters*, 1999, 24(18): 1263-1265.
- [13] Kondo Y, Nouchi K, Mitsuyu T, et al. Fabrication of long-period fiber gratings by focused irradiation of infrared femtosecond laser pulses[J]. *Optics Letters*, 1999, 24(10): 646-648.
- [14] Tao H, Mi Y A, Ren W H, et al. Vector mode conversion based on tilted long-period fiber grating written in ring fiber[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2020, 47(6): 0606002.
- [15] 陶洪, 卮月安, 任文华, 等. 基于环形光纤的倾斜长周期光纤光栅的矢量模式转换[J]. *中国激光*, 2020, 47(6): 0606002.
- [16] Zhang X Y, Yu Y S, Chen C, et al. Point-by-point dip coated long-period gratings in microfibers[J]. *IEEE Photonics Technology Letters*, 2014, 26(24): 2503-2506.
- [17] Zhang W, Webb D J, Lao L Y, et al. Water content detection in aviation fuel by using PMMA based

- optical fiber grating[J]. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2019, 282: 774-779.
- [15] Li B L, Chen J H, Xu F, et al. Periodic microstructures in optical microfibers induced by Plateau-Rayleigh instability and its applications[J]. *Optics Express*, 2017, 25(4): 4326-4334.
- [16] Tseng A A, Chen K, Chen C D, et al. Electron beam lithography in nanoscale fabrication: recent development[J]. *IEEE Transactions on Electronics Packaging Manufacturing*, 2003, 26(2): 141-149.
- [17] Bertsch A, Lorenz H, Renaud P. 3D microfabrication by combining microstereolithography and thick resist UV lithography[J]. *Sensors and Actuators A: Physical*, 1999, 73(1/2): 14-23.
- [18] Guo L J. Recent progress in nanoimprint technology and its applications[J]. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2004, 37(11): R123-R141.
- [19] Zhou X Q, Hou Y H, Lin J Q. A review on the processing accuracy of two-photon polymerization[J]. *AIP Advances*, 2015, 5(3): 030701.
- [20] Gissibl T, Wagner S, Sykora J, et al. Refractive index measurements of photo-resists for three-dimensional direct laser writing[J]. *Optical Materials Express*, 2017, 7(7): 2293-2298.