

基于侧边抛磨光纤表面等离子体共振的折射率和温度传感研究

陈小龍¹ 罗云瀚¹ 徐梦云¹ 张怡龙² 何永红² 唐洁媛¹ 余健辉¹ 张 军¹ 陈 哲¹

(¹暨南大学光电信息与传感技术广东普通高校重点实验室, 广东 广州 510632)

(²清华大学深圳研究生院光学检测与成像实验室, 广东 深圳 518055)

摘要 用轮式侧边抛磨法制作侧边抛磨光纤,通过磁控溅射法溅射金膜制成侧边抛磨光纤表面等离子体共振 (SPR) 传感器,并通过理论和实验对传感器的折射率灵敏度以及温度特性做了深入研究。结果表明表面等离子体共振波长随待测样品折射率的增大向长波长方向漂移,平均折射率灵敏度为 4.1×10^3 nm/RIU (RIU 为单位折射率),高于已报道的结果;共振波长随待测样品温度的升高向短波长方向漂移,平均温度灵敏度为 0.36 nm/°C,故该光纤 SPR 传感器具有更强抗温度漂移能力和更高的高折射率灵敏度,其在生物化学传感领域有重要的应用。

关键词 传感器;表面等离子体共振;侧边抛磨光纤;折射率;温度

中图分类号 O433 文献标识码 A doi: 10.3788/AOS201434.0206005

Refractive Index and Temperature Sensing Based on Surface Plasmon Resonance Fabricated on a Side-Polished Fiber

Chen Xiaolong¹ Luo Yunhan¹ Xu Mengyun¹ Zhang Yilong² He Yonghong²
Tang Jieyuan¹ Yu Jianhui¹ Zhang Jun¹ Chen Zhe¹

¹Key Laboratory of Optoelectronic Information and Sensing Technologies of Guangdong Higher Education Institutes, Jinan University, Guangzhou, Guangdong 510632, China

²Laboratory of Optical Imaging and Sensing, Graduate School at Shenzhen, Tsinghua University, Shenzhen, Guangdong 518055, China

Abstract A surface plasmon resonance (SPR) sensor based on side-polished fiber is fabricated by coating a thin gold film on the polished zone. The characteristics of the sensor for ambient refractive index and temperature are tested. The results show that the resonance dip shifts to longer wavelength as the ambient refractive index is increased and shifts to shorter wavelength as the temperature is increased. The average sensitivity of resonance wavelength to variation in refractive index is 4.1×10^3 nm/RIU (RIU is the unit of refractive index). Moreover, a linear sensitivity of resonance wavelength to variation in temperature reaches 0.36 nm/°C. The fiber optical SPR sensor, possessing stronger resistance to temperature drift and higher refractive index sensitivity, can play an important role in biochemical sensing.

Key words sensors; surface plasmon resonance; side-polished fiber; refractive index; temperature

OCIS codes 060.2370; 240.6680; 280.4788

1 引 言

表面等离子体共振 (SPR) 传感是利用光学消逝

波与金属表面等离子体波 (SPW) 达到共振测量环境介质的变化。自 1993 年 Jorgenson 等^[1] 成功研

收稿日期: 2013-09-03; 收到修改稿日期: 2013-10-15

基金项目: 国家自然科学基金 (61177075, 11004086, 61008057)、中央高校基本科研业务费 (21612437, 21613405, 21613325)、广东省战略性新兴产业核心技术攻关项目 (2012A032300016)、广东高校优秀青年创新人才培养计划 (LYM10024)

作者简介: 陈小龍 (1988—), 男, 硕士研究生, 主要从事光电检测与传感方面的研究。E-mail: 121002410@qq.com

导师简介: 罗云瀚 (1979—), 男, 博士, 副研究员, 主要从事光电检测与传感、生物医学光学和微流光子学方面的研究。

E-mail: yunhanluo@163.com (通信联系人)

制出光纤 SPR 传感器以来,以光纤为载体的 SPR 传感器获得了广泛的研究。光纤 SPR 传感器^[2-5]具有集成性好、体积小、抗电磁干扰能力强、易于实现长距离在线实时观测等诸多优点,在食品安全检测、化学分子检测、药物分析等相关领域展现出广阔的应用前景。

随着光纤 SPR 传感器应用范围的不断扩大,对其性能的要求也越来越高。由于在实际测量中会不可避免地受到环境温度的影响,进而对检测结果产生很大的影响。因此,研制高灵敏度且能抗环境温度等因素干扰的光纤 SPR 传感器成为人们关注的焦点。Kanso 等^[6]研制了在线传输式光纤 SPR 传感器,最高灵敏度达 $2.987 \times 10^3 \text{ nm/RIU}$ (RIU 为单位折射率),但制作在线传输式光纤 SPR 传感器在镀膜这一过程中需要转动装置,很难控制金属膜的均匀度。Wei 等^[7]设计了双通道的光纤 SPR 传感器,其中一个通道可以作为参照传感器,来补偿由于光纤折射率或温度的意外改变而带来的噪声。Chiu 等^[8-9]研制出单模、多模 D 型光纤 SPR 传感器,通过测量不同折射率样品实验计算得出单模光纤 SPR 传感器的最高折射率灵敏度为 1938 nm/RIU ;并通过测量不同温度的样品实验计算得出多模 D 型光纤 SPR 传感器的温度灵敏度为 $0.6 \text{ nm/}^\circ\text{C}$ 。

本文通过选择优化的传感器参数,用轮式侧边抛磨法制作侧边抛磨光纤,通过磁控溅射法修饰金属膜,制作出具有更强的抗温度漂移影响能力和更

高折射率灵敏度的 SPR 传感器,为进一步扩展光纤 SPR 传感器的应用提供了技术依据和支撑。

2 基本原理

2.1 光纤表面等离子体共振

光纤 SPR 传感器利用入射光在纤芯与金属两种具有不同介电属性的分界面发生全反射产生的消逝波,激发金属表面的自由电子,在金属与介质表面产生 SPW。若 SPW 波矢和入射光在水平方向的波矢相等时,则发生 SPR 效应,使全反射光中相应的波矢光强有显著下降,出现吸收峰,此峰位置与外界折射率有关,以此实现对环境介质参量的检测^[10]。

侧边抛磨光纤 SPR 模型如图 1 所示,其原理可用多层介质波导模型解释。当发生 SPR 效应时,根据 Maxwell 方程和边界条件可获得纤芯/粘附层/金属膜/环境介质四层结构 p 光在长度为 l 的某传感段内的光强总反射率 R ,即^[11]

$$R = [d_2, d_3, \epsilon_1(\lambda), \epsilon_2(\lambda), \epsilon_3(\lambda), \epsilon_4(\lambda), \theta_i, l]^{N(\theta_i, l, d_1)}, \quad (1)$$

式中 $\epsilon_1(\lambda)$ 、 $\epsilon_2(\lambda)$ 、 $\epsilon_3(\lambda)$ 、 $\epsilon_4(\lambda)$ 分别为纤芯、粘附层、金属膜、环境介质的介电常数, d_1 、 d_2 、 d_3 分别为纤芯直径、粘附层厚度、金膜厚度, θ_i 为入射角, $N(\theta_i, l, d_1)$ 为近轴光线反射次数。由(1)式可知,共振波长 λ_{spr} 对环境介质的折射率 ($n_4 = \sqrt{\epsilon_4}$) 存在确定的对应关系。

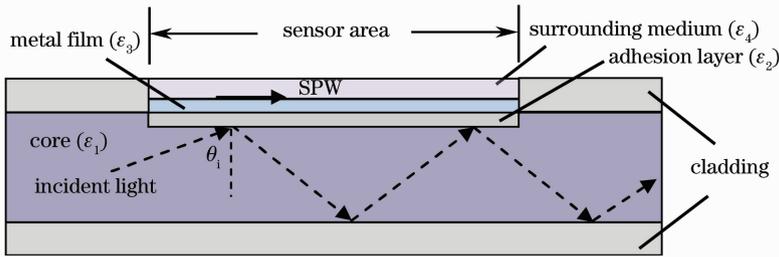


图 1 侧边抛磨光纤 SPR 物理模型

Fig. 1 Physical model of side-polished fiber SPR

2.2 金属膜层的温度特性

由上面的分析可知,金属膜层的介电常数和厚度都会对 SPR 效应产生影响。而温度变化通过导致金属介电常数和厚度的改变来影响 SPR 效应。金属膜层的介电常数为复数,根据 Drude 介质色散模型^[12],可表示为

$$\epsilon(\omega) = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega(\omega + i\omega_c)}, \quad (2)$$

式中 ω_c 为碰撞频率, ω_p 为等离子频率。在一定温

度 t 下 ω_p 的值可表述为

$$\omega_p = \omega_{p0} [1 + \gamma(t - t_0)]^{-1/2}, \quad (3)$$

式中 γ 为金属的膨胀系数, t 和 t_0 分别表示实际温度和参考温度, ω_{p0} 为参考温度下的等离子频率。由此可知,温度的变化会导致金属膜层介电常数的变化,进而影响 SPR 效应。

同时,温度对金属膜层的厚度也有影响。对于金膜来说,温度变化 $1 \text{ }^\circ\text{C}$, 大约会使厚度变化 $3.48 \times 10^{-5} d_3$ ^[13], SPR 的共振波长随金膜厚度的增加而向

长波长方向漂移^[14]。而光纤 SPR 传感器中 d_3 的值为纳米级,所以温度变化对金膜厚度产生的影响很小,可以忽略不计。

2.3 溶液折射率的温度特性

采用蒸馏水作为研究传感器温度特性的对象,水的温度系数为负值,即其折射率随温度的升高而下降。文献[15]从理论上导出了介质折射率 n 与其温度 t 的关系:

$$n = n_0 \frac{1 + \alpha(t - t_0)}{1 + n_0 \alpha(t - t_0)}, \quad (4)$$

式中 α 值为 $6 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$, n_0 为 0°C 时介质的折射率。由(4)式可计算出温度变化对水的折射率影响。

3 传感器制作及实验系统

3.1 传感器参数选择与制作

制作侧边抛磨光纤的关键是制作一个纤芯中传输光的消逝波场的“泄漏窗口”^[16]。实验采用光纤侧边轮式抛磨法,将光纤置于抛磨旋转轮上,将光纤的侧边磨去一部分。此方法对剩余厚度可控,制作的器件尺寸小,可实现批量生产。

由于单模光纤芯径较小(不大于 $10 \mu\text{m}$),所以加工复杂,光源耦合精度要求也更高,因此实验中选

用纯石英芯多模光纤,其纤芯直径为 $105 \mu\text{m}$,包层直径为 $125 \mu\text{m}$,数值孔径为 0.22。当抛磨长度或抛磨深度增大时,从“窗口”中泄露的光也会增加,导致表面等离子体共振强度的增加;同时灵敏度随抛磨长度的增大而减小^[17]。为了提高表面等离子体共振的强度和传感器灵敏度,同时保证成功抛磨光纤(抛磨越深光纤越易断),用轮式抛磨法抛磨,直至光纤剩余厚度约为 $85 \mu\text{m}$,抛磨长度约为 10 mm,抛磨损耗为 2.01 dB。抛磨后的光纤电镜图(SEM)如图 2(a)所示。

考虑到光纤与金膜的粘附力问题,首先在抛磨后的光纤表面溅射一层厚度约为 5 nm 的铬(Cr),以增加光纤与金膜的粘附力,延长传感器的使用寿命,同时 Cr 是一种高折射率金属。不同的金膜厚度对应不同的共振波长模式,因此镀膜的不均匀会导致共振波谱半峰全宽展宽,折射率灵敏度与金膜厚度呈非单调变化关系,并且在 $40 \sim 60 \text{ nm}$ 为高灵敏区^[18]。因此,为了提高镀膜均匀性与传感器的灵敏度,采取磁控溅射法对传感区域镀一层约 40 nm 的金膜。制备的侧边抛磨光纤 SPR 传感器实物如图 2(b)所示。

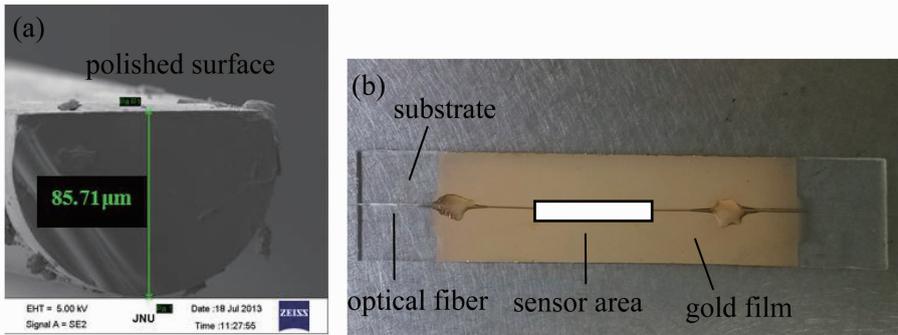


图 2 (a)抛磨后的光纤电镜图;(b)制作完成的 SPR 传感器

Fig. 2 (a) SEM picture of polished fiber; (b) fabricated SPR sensor

3.2 实验系统

实验测试系统示意图如图 3 所示,由卤钨灯光

源(LS-1, Ocean Optics)、侧边抛磨光纤 SPR 传感器、水浴锅(F12-ED, Julabo)、微型光纤光谱仪

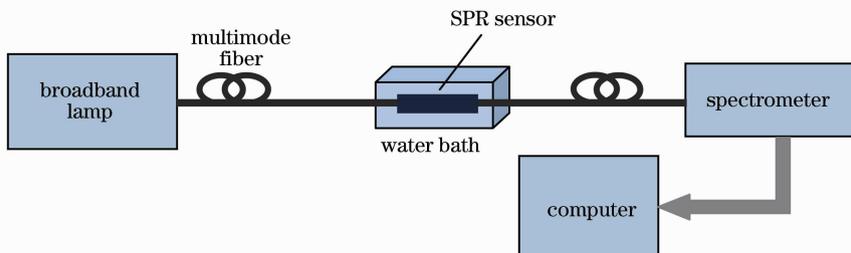


图 3 侧边抛磨光纤 SPR 传感实验系统示意图

Fig. 3 Schematic of sensing system based on side-polished fiber SPR

(USB4000, Ocean Optics)及计算机组成。由卤钨灯产生的光源经光纤耦合进入 SPR 传感器,由于侧边抛磨光纤具有倏逝场,在满足共振条件的光波将激发金膜产生表面等离子共振,在透射光谱中形成一个共振谷,透射光谱用微型光纤光谱仪采集记录。不同折射率的样品会导致共振谷的位置移动,通过记录系列样品的共振光谱,定标传感器对折射率的传感特性。在同一待测样品下,通过改变待测样品的温度,实现了传感器的温度特性研究。

4 实验结果与讨论

4.1 折射率灵敏度

在室温条件下(25 °C),将配置的乙二醇($n = 1.431$)与去离子水($n = 1.333$)的混合液作为待测样品,其对应折射率范围在 1.333~1.431 之间。不同浓度的乙二醇溶液的 SPR 光谱曲线如图 4 所示。从图 4 中可知,当待测液的折射率由 1.333 逐渐增大到 1.431 时,SPR 光谱的共振波长位置向长波长方向漂移,从 600.80 nm 漂移到了 1003.35 nm,共漂移了 402.55 nm。

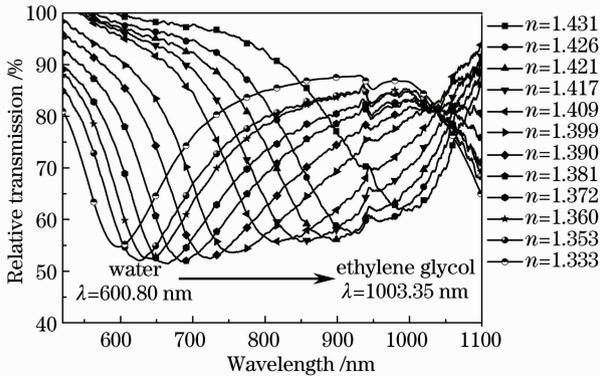


图 4 不同折射率待测液的 SPR 光谱图

Fig. 4 Transmission spectra of the SPR sensor corresponding to different ambient refractive indexes

提取待测液的折射率与共振波长的关系,并以折射率为 1.333 时的共振波长为起始点得到如图 5 所示曲线。从图 5 可知,共振波长与待测液的折射率相关,这与(1)式的分析结果相一致,且共振波长随待测液体的折射率的增大而增加。图 5 中方块为实验中实际测量的数据,实线表示用指数函数拟合的结果,拟合函数为 $\lambda = 5.0129 \times 10^{-14} \exp(n/0.03903) - 27.6022$,拟合曲线相关系数为 0.99468。根据共振波长与折射率变化的灵敏度公式 $S = \Delta\lambda/\Delta n$ 得出该传感器在折射率为 1.333~1.431 范围内的平均折射率灵敏度为 4.1×10^3 nm/RIU,优于 Kanso 等^[6]报道的

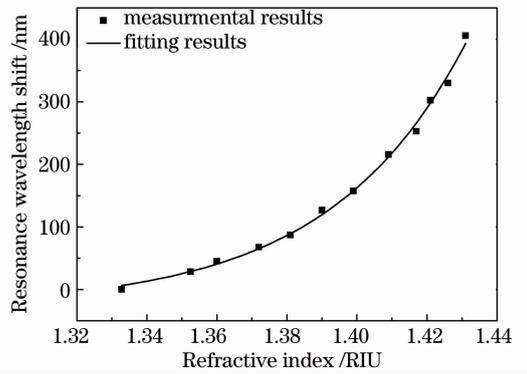


图 5 折射率与共振波长漂移量关系图

Fig. 5 Resonance wavelength shift versus ambient refractive index

2.987×10^3 nm/RIU 和 Chiu 等^[8-9]报道的 1938 nm/RIU 以及 Sharma^[19]仿真优化报道的 2.667×10^3 nm/RIU。

4.2 温度特性

选取蒸馏水作为液体介质,将传感器置于水浴锅中并改变其温度,以温度为 17.1 °C 时的共振波长为起始点,不同温度下的共振波长漂移量如图 6 所示。由图 6 可知,水温从 17.1 °C 变化到 76.9 °C 的过程中,SPR 光谱的共振波长位置向短波长方向漂移,共漂移了 21.33 nm,图中方块表示实际测量的数据,实线表示用线性函数拟合的结果,拟合函数为 $\lambda = 7.7609 - 0.37757t$,拟合曲线相关系数为 0.99399。根据共振波长与温度变化的灵敏度公式 $S = \Delta\lambda/\Delta t$ 得出该传感器在温度为 17.1 °C ~ 76.9 °C 时的平均温度灵敏度为 0.36 nm/°C,温度稳定性优于 Chiu 等^[8-9]报道的 0.6 nm/°C。

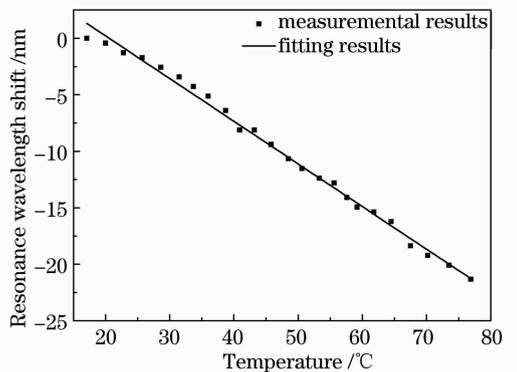


图 6 不同温度对应的共振波长漂移量关系图

Fig. 6 Resonance wavelength shift versus ambient temperature

对此现象可解释为由于温度的变化,导致蒸馏水折射率的变化,进而引起共振波长的变化,这一点与前面的理论分析一致。同时,温度升高,蒸馏水的

折射率减小,导致共振波长向短波长方向漂移。根据(2)式和(3)式可知,温度升高,金属表面固有等离子体振荡频率 ω_p 减小,使金属介电常数实部增大,进而导致共振波长向短波长方向漂移^[20],这与实验上观测的现象吻合。实际上温度的变化还会引起光纤纤芯折射率的变化,但在可见光区域光纤纤芯的折射率温度系数要比水的折射率温度系数低两个数量级,因此在理论分析中可以忽略^[21]。

4.3 重复性和稳定性

为了验证该传感器的稳定性和重复性,在25℃条件下对不同折射率待测液做长时间实时检测,每隔30s采集一个数据,对同一样品连续测量4min。实验中选取了3种不同折射率的样品,其折射率分别为1.3330 RIU、1.3600 RIU、1.3831 RIU,实际测量时间为24min。结果如图7所示,该传感器对同一样品和更换不同样品都呈现出良好的稳定性和重复性。其中静态时(0~4min)波长漂移量的标准方差 λ_{SD} 为0.15nm;动态时(0~4min、12~16min)波长漂移量的标准方差 λ_{SD} 为0.19nm。

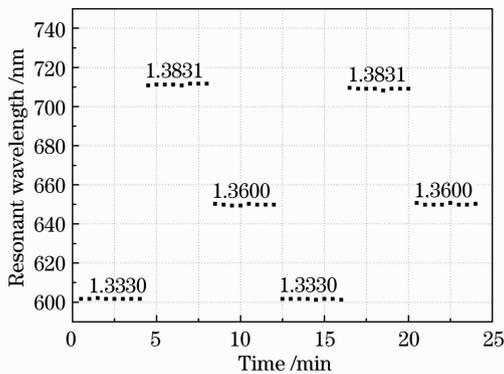


图7 25℃时传感器的实时稳定性和重复性

Fig. 7 Stability and repeatability in resonance wavelength corresponding to ambient refractive index with temperature fixed at 25℃

根据灵敏度 S 、共振波长漂移标准方差 λ_{SD} 以及折射率最小分辨率 δn 之间的关系, $\delta n = \lambda_{SD}/S$,可计算得到传感器折射率的最小分辨率为 3.6×10^{-5} RIU。依据同样的方法可计算出温度的最小分辨率为0.41℃。由于实验中使用的光谱仪是小型的光纤光谱仪,其稳定性和分辨率劣于大型傅里叶变换光谱仪,因而选择更高分辨率的光谱分析仪将进一步提高传感器的分辨率。

比较折射率对共振波长的灵敏度 4.1×10^3 nm/RIU和温度对共振波长的灵敏度0.36 nm/℃,可以发现温度每变化1℃时对共振波长的影响相当于折

射率变化 0.88×10^{-4} RIU,与文献[22]所报道的结果相吻合。因此,在利用SPR测量折射率时,需要根据所需测量精度选择温度控制级别。例如,要获得 10^{-5} RIU的检测分辨率,需要将温度稳定性控制在0℃~0.1℃的范围内。

5 结 论

讨论了一种基于侧边抛磨光纤的SPR传感器,并从理论和实验两方面对传感器的折射率灵敏度以及温度特性做深入研究。其折射率平均灵敏度为 4.1×10^3 nm/RIU,温度平均灵敏度为0.36 nm/℃;该传感器表现出良好的重复性与稳定性,折射率和温度的最小分辨率分别为 3.6×10^{-5} RIU、0.41℃。其良好的折射率灵敏度和抗温度漂移能力,将会在生物化学传感领域发挥更广阔的应用前景。

参 考 文 献

- 1 R C Jorgenson, S S Yee. A fiber-optic chemical sensor based on surface plasmon resonance [J]. *Sensors and Actuators B*, 1993, 12(3): 213-220.
- 2 Zhao Huaxin, Jiang Yongxiang, Luo Tianqiong, *et al.*. Hollow optical fiber sensor based on surface plasmon resonance [J]. *Acta Optica Sinica*, 2012, 32(6): 0628001.
赵华新, 蒋永翔, 罗天穹, 等. 基于表面等离子体共振原理的空芯光纤传感器[J]. *光学学报*, 2012, 32(6): 0628001.
- 3 Zhang Pengcheng, Lü Min, Chen Xiao, *et al.*. Study and fabrication of surface plasmon resonance fiber optic sensor with tapered probe [J]. *Chinese J Lasers*, 2013, 40(3): 0305005.
张鹏程, 吕敏, 陈笑, 等. 光纤表面等离子体共振传感器锥形探头的研制[J]. *中国激光*, 2013, 40(3): 0305005.
- 4 Peng Yang, Hou Jing, Huang Zhihe, *et al.*. Design of the photonic crystal fiber based surface plasmon resonance sensors [J]. *Chin Opt Lett*, 2012, 10(s): s10607.
- 5 Dong Li, Ren Guangjun, Hu Haiyan, *et al.*. Surface plasmon resonance sensing characteristics based on photonic crystal fiber [J]. *Chinese J Lasers*, 2012, 39(s2): s205003.
董莉, 任广军, 胡海燕, 等. 光子晶体光纤表面等离子体共振传感特性[J]. *中国激光*, 2012, 39(s2): s205003.
- 6 M Kanso, S Cuenot, G Louarn. Sensitivity of optical fiber sensor based on surface plasmon resonance: modeling and experiments [J]. *Plasmonics*, 2008, 3(2-3): 49-57.
- 7 Wei Peng, Soame Banerji, Yoon-chang Kim, *et al.*. Investigation of dual-channel fiber-optic surface plasmon resonance sensing for biological applications [J]. *Opt Lett*, 2005, 30(22): 2988-2990.
- 8 Ming-Hung Chiu, Po-Chin Chiu, Yi-Hsien Liu, *et al.*. Single-mode D-type optical fiber sensor in spectra method at a specific incident angle of 89° [J]. *Sensors & Transducers*, 2009, 104(5): 41-46.
- 9 Ming-Hung Chiu, Po-Chin Chiu, Liu-Yi Hsien, *et al.*. Multimode D-type optical fiber sensor based on ATR effect in temperature detection [J]. *Sensors & Transducers*, 2009, 111(12): 125-131.
- 10 Sun Xiaoming, Zeng Jie, Zhang Qianyun, *et al.*. Research of optical fiber surface plasmon wave resonance sensor based on built-in modulation layer [J]. *Acta Optica Sinica*, 2013, 33(1): 0128002.

- 孙晓明, 曾 捷, 张倩昀, 等. 内置调制层型光纤表面等离子体波共振传感器研究[J]. 光学学报, 2013, 33(1): 0128002.
- 11 Ming-Hung Chiu, Chih-Hsien Shih, Ming-Hsin Chi. Optimum sensitivity of single-mode D-type optical fiber sensor in the intensity measurement [J]. Sensors and Actuators B, 2007, 123(2): 1120–1124.
- 12 H P Chiang, H T Yeh, C M Chen, *et al.*. Surface plasmon resonance monitoring of temperature via phase measurement [J]. Opt Commun, 2004, 241(4-6): 409–418.
- 13 Sahin Kaya özdemir, Gönül Turhan-Sayan. Temperature effects on surface plasmon resonance: design considerations for an optical temperature sensor [J]. J Lightwave Technol, 2003, 21(3): 805–814.
- 14 D F Santos, A Guerreiro, J M Baptista. Numerical investigation of a refractive index SPR D-type optical fiber sensor using COMSOL multiphysics [J]. Photonic Sensors, 2013, 3(1): 61–66.
- 15 Zhou Caizeng. The temperature function of the refractive index of media [J]. Journal of Jiangxi Institute of Metallurgy, 1988, 9(1): 91–93.
周采曾. 介质折射率的温度函数[J]. 江西冶金学院学报, 1988, 9(1): 91–93.
- 16 Liao Yanbiao. Fiber Optics: Principles and Applications [M]. Beijing: Tsinghua University Press, 2010. 155–158.
廖延彪. 光纤光学—原理与应用[M]. 北京: 清华大学出版社, 2010. 155–158.
- 17 Yogendra S Dwivedi, Anuj K Sharma, B D Gupta. Influence of design parameters on the performance of a surface plasmon sensor based fiber optic sensor [J]. Plasmonics, 2008, 3(2-3): 79–86.
- 18 Yang Jun, Tian Hao, Xie Lin, *et al.*. Theoretical study on temperature property of the SPR biosensor [J]. Transducer and Microsystem Technologies, 2011, 30(10): 69–74.
杨 军, 田 浩, 谢 琳, 等. SPR 生物传感器温度特性的理论研究[J]. 传感器与微系统, 2011, 30(10): 69–74.
- 19 Navneetk Sharma. Performances of different metals in optical fibre-based surface plasmon resonance sensor [J]. Indian Academy of Sciences, 2012, 78(3): 417–427.
- 20 Zeng Jie, Liang Dakai, Du Yan, *et al.*. Optic fiber surface plasmon wave resonance sensor for measuring temperature [J]. Chinese J Science Instrument, 2007, 28(1): 38–41.
曾 捷, 梁大开, 杜 艳, 等. 用于温度测试的光纤 SPR 传感器特性研究[J]. 仪器仪表学报, 2007, 28(1): 38–41.
- 21 Zeng Jie, Liang Dakai, Cao Zhenxin. Study on a novel optical fiber temperature sensor based on surface plasmon resonance [J]. Chinese J Lasers, 2004, 31(7): 838–842.
曾 捷, 梁大开, 曹振新. 光纤表面等离子体波共振温度传感器的研究[J]. 中国激光, 2004, 31(7): 838–842.
- 22 Lin Kaiqun, Lu Yonghua, Luo Yanhua, *et al.*. Temperature characteristics of portable surface plasmon resonance sensor [J]. Acta Photonica Sinica, 2009, 38(9): 2229–2233.
林开群, 鲁拥华, 罗艳华, 等. 便携式表面等离子体共振传感器温度特性[J]. 光子学报, 2009, 38(9): 2229–2233.

栏目编辑: 王晓球