

柔性硫系玻璃光纤传像束的制备及性能研究

翟诚诚¹ 张 斌¹ 祁思胜¹ 郭 威¹ 杨志勇¹ 杨安平¹ 张鸣杰¹ 杨 艳¹ 余 懿² 王荣平²
陶光明³ 唐定远¹ Barry Luther-Davies²

¹江苏省先进激光材料与器件重点实验室, 江苏师范大学物理与电子工程学院, 江苏, 徐州 221116

²Centre for Ultrahigh-Bandwidth Devices for Optical Systems (CUDOS), Laser Physics Centre, Research School of Physics and Engineering, Australian National University, Canberra, ACT 2600, Australia

³CREOL, The College of Optics & Photonics, University of Central Florida, Orlando, Florida 32816, USA

摘要 通过引入特征温度与硫系玻璃相匹配的高性能热塑性聚合物聚酰亚胺(PEI)作为光纤包层, 结合复丝工艺制备了像素数为900的As₂S₃/PEI光纤传像束, 表征了光纤的损耗、光纤束的断丝率、分辨率和串扰率。As₂S₃/PEI光纤在2~6 μm波段传输性能优异, 背景损耗约为0.5 dB/m, 在S-H杂质对应的4.0 μm波长的峰值损耗为3.5 dB/m。单丝直径为80 μm、像素数为900的光纤束的断丝率为1%, 分辨率为7 line/mm, 串扰率为1%, 通过此传像束得到了清晰的电烙铁红外图像。而且, 将PEI溶于二甲基乙酰胺(DMAC)后使光纤束表现出很好的柔性。采用这种类似“酸溶玻璃”的可溶于特定溶剂的热塑性聚合物, 作为过渡介质, 结合复丝工艺有望制备出柔性高分辨率硫系玻璃光纤传像束。

关键词 光纤光学; 光纤传像束; 硫系玻璃; 分辨率; 红外成像

中图分类号 TN213

文献标识码 A

doi: 10.3788/AOS201535.0806005

Fabrication and Properties of Flexible Chalcogenide Fiber Image Bundles

Zhai Chengcheng¹ Zhang Bin¹ Qi Sisheng¹ Guo Wei¹ Yang Zhiyong¹ Yang Anping¹
Zhang Mingjie¹ Yang Yan¹ Yu Yi² Wang Rongping² Tao Guangming³
Tang Dingyuan¹ Barry Luther-Davies²

¹Jiangsu Key Laboratory of Advanced Laser Materials and Devices, School of Physics and Electronic Engineering, Jiangsu Normal University, Xuzhou, Jiangsu 221116, China

²Centre for Ultrahigh-Bandwidth Devices for Optical Systems (CUDOS), Laser Physics Centre, Research School of Physics and Engineering, Australian National University, Canberra, ACT 2600, Australia

³CREOL, The College of Optics & Photonics, University of Central Florida, Orlando, Florida 32816, USA

Abstract A high performance thermoplastic polymer, polyetherimide (PEI), which is thermally compatible with some chalcogenide glasses, is introduced as a cladding material to fabricate fiber image bundles. As₂S₃/PEI image bundles consisting of 900 fibers are fabricated through a stack and draw approach. The loss of the fibers, the dark fiber ratio, the resolution and crosstalk of the image bundles are characterized. The As₂S₃/PEI shows a good transmitting property in the 2 μm to 6 μm spectral region. The background loss is about 0.5 dB/m, and the peak loss at 4.0 μm due to S-H impurity absorption is about 3.5 dB/m. The fiber bundle containing 900 fibers with a diameter of 80 μm has a dark fiber ratio of 1%, exhibits a resolution of 7 line/mm and shows crosstalk of 1%. Clear infrared image of a soldering iron tip is obtained through this fiber bundle. The flexibility of the fiber bundles is achieved by dissolving the PEI into a solvent dimethylacetamide (DMAC). Flexible high-resolution chalcogenide fiber image bundles may be fabricated through the stack and draw approach using a thermoplastic polymer which can be

收稿日期: 2015-03-20; 收到修改稿日期: 2015-04-29

基金项目: 国家自然科学基金(61205207, 51303072, 61405080)、江苏省高校自然科学基金(13KJB430013)、江苏高校优势学科建设工程、江苏省先进激光技术与新兴产业协同创新中心资助项目

作者简介: 翟诚诚(1990—), 男, 硕士研究生, 主要从事红外玻璃与光纤制备方面的研究。E-mail: 645089743@qq.com

导师简介: 张 斌(1983—), 男, 博士, 副教授, 主要从事红外玻璃与光纤方面的研究。E-mail: bzhang@jsnu.edu.cn(通信联系人)

dissolved into special solvents as an interlayer material similar to the 'acid-dissolved glass'.

Key words fiber optics; fiber image bundles; chalcogenide glasses; resolution; infrared imaging

OCIS codes 060.2290; 060.2300; 060.4370; 160.2290

1 引 言

以柔性红外光纤传像束作为传输元件,与红外成像探测器连接,可实现高质量红外图像传递,大大降低系统重量和减小系统体积,显著降低红外系统成本,提高系统性能。可用于探测强电磁场所、危险环境、狭窄空间或小孔内物体的热分布,在国防、医疗和工业检测等领域具有非常重要的应用前景^[1-5]。由于常用氧化物玻璃长波红外多声子吸收的缘故,其光纤传像束无法应用于波长大于 2.5 μm 的红外波段。目前,红外光纤传像束主要基于卤化银晶体和硫系玻璃材料。卤化银晶体光纤束可用于传输 4~20 μm 波段的红外图像,采用多次挤出工艺可制备单丝直径低至 25 μm 、像素数达 9000 的光纤束^[6]。由于多次挤出工艺制备的卤化银晶体光纤束的单丝粘接在一起,较大截面的光纤束不具备柔性,事实上为硬质光纤束。硫系玻璃光纤束可用于传输 1~6 μm (硫化物)、2~8 μm (硒化物)和 3~11 μm (碲化物)的图像^[7-9],通常采用层叠法制备^[3, 10-11]。层叠法工艺复杂、成本高,用层叠法制备的柔性硫系光纤传像束的单丝直径通常很难小于 50 μm ,分辨率低。Saito 等^[12]引入了聚四氟乙烯(FEP)作为包层材料,采用复丝工艺制备硫系玻璃光纤束,此工艺可制备单丝直径小、像素数高的硬质光纤束。由于 FEP 抗酸碱且几乎不溶于所有溶剂,很难通过去除硫系玻璃光纤表面的 FEP 层使光纤束获得良好的柔性。

本文引入了一种可溶于特定溶剂的热塑性聚合物聚醚酰亚胺(PEI)作为包层材料,制备了柔性 $\text{As}_2\text{S}_3/\text{PEI}$ 光纤传像束。因 PEI 玻璃的转变温度(T_g)较高,可与大多数 T_g 为 160 $^\circ\text{C}$ ~220 $^\circ\text{C}$ 的硫系玻璃在相同温度下拉制光纤^[13]。此外,PEI 作为包层材料,可大幅提高光纤的机械性能,利于减小光纤束的断丝率。通过复丝工艺制备了单丝直径分别为 80 μm 和 5 μm 、像素数分别为 900 和 8.1×10^5 的光纤束,将光纤包层 PEI 溶于二甲基乙酰胺(DMAC)溶剂后,光纤束表现出良好的柔性。

2 实验方法

2.1 玻璃的制备

以纯度均为 6N 级的单质砷(As)和硫(S)为原料,采用熔融-急冷技术^[14-15]在真空石英管中合成 As_2S_3 玻璃。配料前先将 As 在 330 $^\circ\text{C}$ 真空处理 2 h 尽可能消除表面易挥发的氧化物杂质,同时将 S 进行 4 次升华、蒸馏、提纯,尽可能消除玻璃中与 C 和 H 相关的杂质;然后在水和氧质量分数小于 10^{-7} 的手套箱中称量预提纯的 As 和 S,将其装入内径为 18 mm 的低羟基(质量分数小于 10^{-6})石英管中;之后将盛有混合料的石英管抽真空,使压强不大于 10^{-3} Pa,用氢氧焰封接;将封接好的石英管放入摇摆炉中,缓慢升温至 800 $^\circ\text{C}$,保温 15 h,然后降温至 600 $^\circ\text{C}$,取出石英管在空气中冷却,并在 190 $^\circ\text{C}$ 退火 3 h,最后以 0.5 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率降至室温,即得合成的 As_2S_3 玻璃。

2.2 光纤束的制备

采用复丝法^[11, 16]制备光纤束,其制备工艺如图 1 所示。首先,在直径为 18 mm 的 As_2S_3 玻璃棒表面卷上 PEI 薄膜,形成直径为 20 mm 的 $\text{As}_2\text{S}_3/\text{PEI}$ 光纤预制棒,如图 1(a)所示,在高精密光纤拉丝塔上拉制成直径为 400 μm 的光纤单丝,并切割成长度为 20 cm 的短光纤;然后,将约 900 根短光纤按正六边形结构堆积成边长为 7.2 mm 的单丝束,在单丝束表面卷上 PEI 薄膜,形成边长为 8.2 mm 的单丝束棒如图 1(b)所示;最后,将单丝束棒拉制成边长约为 1.6 mm 的光纤束,其横截面照片如图 1(c)所示,光纤单丝直径约为 80 μm 。

2.3 性能测试及表征

材料的折射率采用美国 Woollam IR-VASE 的红外椭偏仪测试,所用样品为厚度约 3 mm 的单面抛光薄片,测量角度为 65 $^\circ$ 和 70 $^\circ$,分辨率为 16 cm^{-1} 。材料的特征温度采用美国 TA Q2000 差示扫描量热仪(DSC)测量,将约 10 mg 样品密封于铝坩埚中用于测试,升温速率为 10 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 。光纤的损耗采用截断法测试,所用仪器为配备外置光纤耦合附件和液氮制冷碲镉汞探测器(MCT)的德国 Bruker TENSOR 27 傅里叶变换红外光谱仪(FTIR)。光纤传像束端面采用蔡司显微镜 Axio scope A1 观测。光纤束的红外传像性能采用图 2 所示装置测

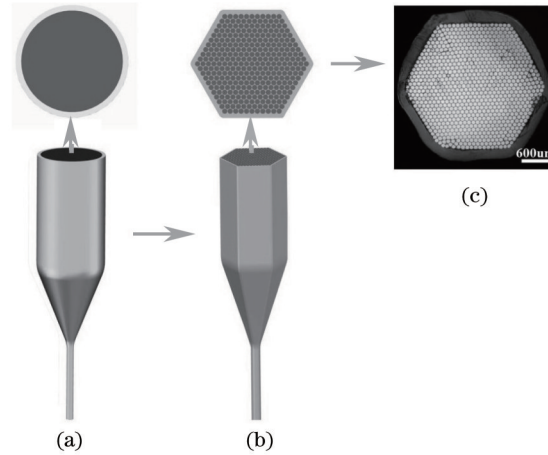


图1 复丝法拉制光纤束的制备工艺示意图。(a) 光纤单丝拉制;(b) 单丝堆积和光纤束拉制;(c) 拉制的光纤束横截面光学照片
 Fig.1 Schematic of fabrication process for the fiber bundle by a ‘stack and draw’ technique. (a) Drawing of single fibers; (b) stacking of single fibers and drawing of fiber bundle; (c) optical image of the cross section of fabricated fiber bundle.

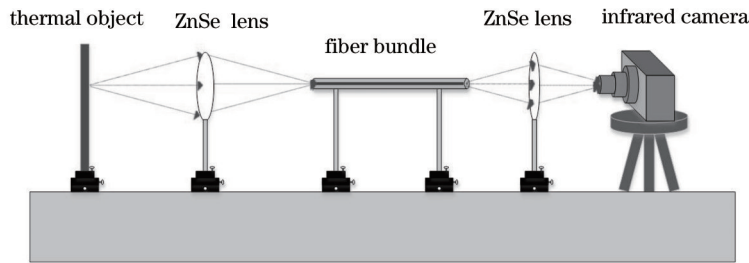


图2 红外光纤束传像测试实验装置示意图

Fig.2 Schematic diagram of the experimental setup for image delivery using the infrared fiber bundle

试,红外目标经一个 ZnSe 透镜成像至光纤束的入射端,通过传像束出射端,再经一个同样的 ZnSe 透镜将热像传输到工作波长为 1~5 μm 的 Xenics 红外相机的 InSb 探测器上。

3 结果与讨论

As_2S_3 玻璃在其红外透光波段的折射率大于 2.40, PEI 聚合物的折射率约为 1.65, 计算得到的光纤数值孔径 $NA^{[12]}$ 远大于 1, 利于制备低串扰、高集光能力的光纤束。为了表征 $\text{As}_2\text{S}_3/\text{PEI}$ 光纤的红外传输性能, 测试了单根光纤的损耗。由于 FTIR 系统很难测试小芯径光纤的损耗, 选用了直径为 400 μm 、芯径为 360 μm 的光纤进行测试, 光纤的损耗光谱如图 3 所示, 光纤的背景损耗约为 0.5 dB/m, S-H 杂质吸收对应的 4.0 μm 波长损耗约为 3.5 dB/m。由于光纤束中直径为 80 μm 的单丝由直径为 400 μm 、芯径为 360 μm 的短光纤堆积后再次拉制获得, 并且光在小芯径的光纤中传输时分布在 PEI 包层材料中的能量增加, 实际的单丝损耗很可能比测试值高一些。

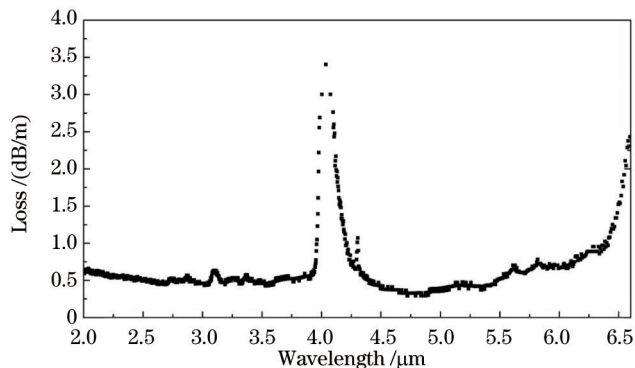


图3 $\text{As}_2\text{S}_3/\text{PEI}$ 光纤的损耗谱, 光纤直径为 400 μm , 芯径为 360 μm

Fig.3 Attenuation of $\text{As}_2\text{S}_3/\text{PEI}$ fiber with the diameter of 400 μm and the core diameter of 360 μm

通过 DSC 曲线获得的 As_2S_3 和 PEI 的 T_g 分别为 $200\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $215\text{ }^\circ\text{C}$, 相近的特征温度使二者可在相同温度下 ($330\text{ }^\circ\text{C}$ 附近) 拉制光纤。图 4(a) 是采用工作波长为 940 nm 的近红外显微相机通过一段长 6 cm 、单丝直径 $80\text{ }\mu\text{m}$ 的光纤束拍摄的图片。通过光纤束一端能够清晰观察到另一端的图像, 同时可观察到光纤束中存在 9 根暗丝, 断丝率为 1%。PEI 作为包层材料极大提高了光纤的机械强度和韧性, 在切割和排丝过程中有效避免了断丝现象; 而且, 在光纤束拉制过程中, PEI 可作为一种粘合剂填充在单丝间的空隙中, 保证了纤芯的机械性能, 使其能够实现多次拉制。

图 4(b) 和 (c) 分别显示了采用 InSb 红外相机直接拍摄和通过光纤束获得的温度为 $380\text{ }^\circ\text{C}$ 的电烙铁图像。所用光纤束长度为 20 cm , 单丝直径为 $80\text{ }\mu\text{m}$ 。从图中可以看出, 通过光纤束得到的图像轮廓和细节较清晰, 与用红外相机直接拍摄的图像一致。分辨率是评价光纤束传像质量的主要参数之一, 采用调制传递函数 (MTF) 法^[17] 确定光纤束的分辨率, MTF 通过刀口法^[17] 获得。用光学参量放大器发射的 $3.8\text{ }\mu\text{m}$ 光均匀照射光纤束入射端; 然后将一个锋利的刀片固定在三维调整架上, 放置在光纤束入射端附近; 以一定的步进间隔沿与刀刃垂直的方向移动刀片, 使其逐渐覆盖光纤端面, 用红外相机采集每次移动刀片时光纤束出射端的刀刃图像; 将每幅图像的总光强对刀刃的移动距离作图得到边缘扩散函数 (ESF), 如图 5 中插图所示; 采用费米函数对 ESF 进行拟合^[4]; 并对拟合后 ESF 微分并作傅里叶变换得到 MTF, 如图 5 所示。MTF 强度衰减至最大值一半时对应的横坐标即为光纤束的分辨率, 从图 5 可以看出, 所测光纤束的分辨率为 7 line/mm 。

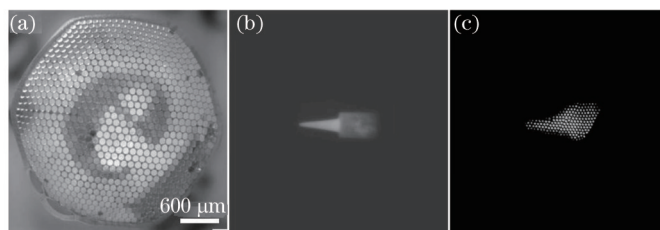


图 4 使用工作波长为 940 nm 的显微相机通过光纤束拍摄的图片。(a) InSb 相机采集; (b) 直接拍摄; (c) 通过光纤束后采集。

Fig.4 Images captured by a micro-camera working at 940 nm through a fiber bundle. (a) Captured by a InSb camera; (b) taken with the camera directly, (c) obtained through a fiber bundle.

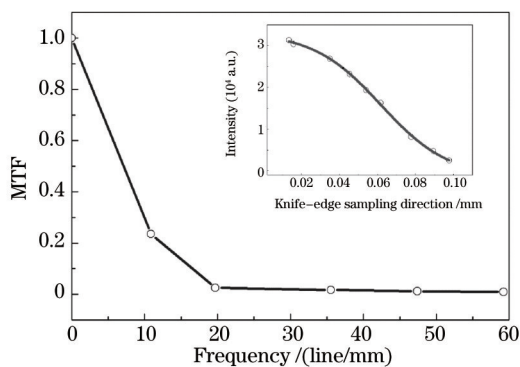


图 5 通过刀口法得到的光纤传像束的调制传递函数 MTF 数据, 插图为刀片在不同位置时光纤束的透光强度

Fig.5 MTF of the fiber bundle obtained by the knife-edge method. The inset image is the evolution of the total output intensity during the knife-edge measurement.

光纤束在传递图像时邻近单丝间可能发生串扰 (crosstalk), 即光在单丝中传输时存在漏光现象^[6], 与邻近单丝中泄露的光相互耦合, 导致光纤束出射端图像模糊。高的串扰率会严重影响光纤束的传像质量, 串扰率可采用单丝耦合途径获得^[6, 17]。将 $3.8\text{ }\mu\text{m}$ 红外光耦合进长 20 cm 、单丝直径为 $80\text{ }\mu\text{m}$ 的光纤束入射端单丝中, 用红外相机采集光纤束出射端的图像, 获得受激发单丝与周围光纤中的光能量分布, 如图 6 所示, 然后通过 (1) 式计算得到串扰率:

$$C = \frac{\sum P_i}{\sum P_i + P_0}, \quad (1)$$

式中 P_0 为受激发单丝中的光强, $\sum P_i$ 为周围光纤中的光强之和。由图 6 中光强分布计算得到的串扰率为 1%, 如此低的串扰率主要得益于光纤的大数值孔径。

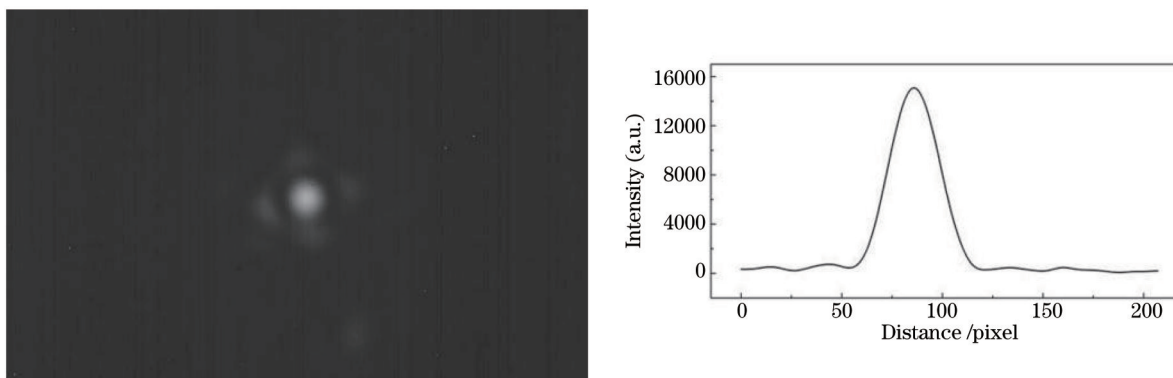


图 6 串扰测试中获得的光纤束出射端的光强分布。所用光纤束长度为 20cm

Fig.6 Light intensity distribution on the output face of the fiber bundle in a crosstalk measurement. The length of the fiber bundle is 20 cm

为了检验本研究所用制备工艺是否适用于制备小单丝直径、超高像素数的光纤束,按照前文所述的制备工艺拉制了包含 900 根单丝、边长为 200 μm 、长度为 20 cm 的正六边形复丝,并按正六边形结构将其堆积成边长为 7.2 mm 的复丝束;然后在复丝束表面卷上 PEI 薄膜,形成边长为 8.2 mm 的复丝束棒;最后将复丝束棒拉制成边长约为 4 mm 的光纤束,其横截面光学照片如图 7(a)所示,光纤束包含约 8.1×10^5 根直径约为 5 μm 的单丝。为了得到柔性光纤束,将光纤束两端蜡封,然后放入 DMAC 溶剂中。约 2 h 后 PEI 可完全溶解,光纤单丝间不再粘接在一起,松散的光纤束具有极好的柔性,如图 7(b)所示。PEI 溶解后得到的柔性光纤束中的单丝不再有包层,无法用于传像应用,故未对其进行光学表征。

本研究得到的初步结果表明,热塑性 PEI 与氧化物玻璃光纤束制备工艺中使用的“酸溶玻璃”类似^[11,18],可作为一种过渡介质用于柔性光纤束的制备。它们的共同点在于:二者作为过渡介质适用于复丝工艺制备高分辨率光纤束,在最终的产品中仅保留在光纤束的两端。它们的区别主要在于:酸溶玻璃与部分多组分氧化物玻璃的物化性质及工作参数匹配,最终被溶解于酸溶液中;热塑性 PEI 与部分硫系玻璃的物化性质及工作参数匹配,最终被溶解于 DMAC 等溶剂中。采用相同的工艺制备以硫系玻璃为纤芯、小于纤芯折射率的硫系玻璃为内包层、PEI 为外包层的光纤束,将制备的光纤束的外包层 PEI 溶于 DMAC 后有望得到具有芯包结构单丝的柔性光纤束,以实现高质量红外传像功能。

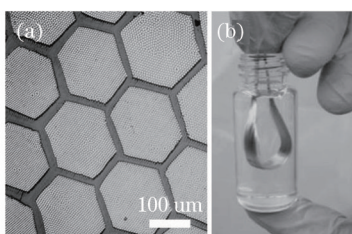


图 7 (a) 含 8.1×10^5 根单丝的光纤束的截面局部照片; (b) 除去 PEI 后获得的柔性光纤束照片

Fig.7 (a) Local optical image of the cross section of the fiber bundle consisting of 8.1×10^5 fibers;

(b) image of obtained flexible fiber bundle by dissolving the PEI

4 结 论

分别以 As_2S_3 玻璃和高性能热塑性 PEI 为纤芯和包层材料,采用复丝工艺可制备小芯径、高像素数的光纤束。 $\text{As}_2\text{S}_3/\text{PEI}$ 光纤在 2~6 μm 波段具有优异的传输性能。PEI 的引入可显著增强光纤的机械性能,降低断丝率。制备的单丝直径为 80 μm 、像素数为 900 的光纤束的断丝率为 1%,分辨率为 7 line/mm,串扰率为 1%,通过此传像束可得到清晰的电络铁红外图像。将光纤包层材料 PEI 溶于 DMAC 可使光纤束表现出很好的柔性。

参 考 文 献

1 E Rave, D Shemesh, A Katzir. Thermal imaging through ordered bundles of infrared-transmitting silver-halide fibers[J]. Appl

- Phys Lett, 2000, 76(14): 1795–1795
- 2 Li Libo, Feng Yutao, Wang Shuang, *et al.*. Four dimensional spectral imager with integral field fiber bundle[J]. Acta Optica Sinica, 2014, 34(5): 0511004.
李立波, 冯玉涛, 王 爽, 等. 光纤视场合成四维光谱成像仪[J]. 光学学报, 2014, 34(5): 0511004.
- 3 Zhu Qingde, Wang Xunsi, Nie Qihua, *et al.*. Research progress of infrared chalcogenide optical fiber imaging bundles[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2014, 33(11): 2873–2880.
祝清德, 王训四, 聂秋华, 等. 红外硫系光纤传像束研究进展[J]. 硅酸盐通报, 2014, 33(11): 2873–2880.
- 4 M R P Klocek, R D Rock. Chalcogenide glass optical fibers and image bundles: Properties and applications[J]. Opt Eng, 1987, 26(2): 88–95.
- 5 Zhu Yue, Gao Wanrong. High-resolution full field optical coherence tomography for biological tissue[J]. Chinese J Lasers, 2014, 41(8): 0804002.
朱 越, 高万荣. 全场高分辨生物组织光学层析成像[J]. 中国激光, 2014, 41(8): 0804002.
- 6 E Rave, L Nagli, A Katzir. Ordered bundles of infrared-transmitting AgClBr fibers: Optical characterization of individual fibers[J]. Opt Lett, 2000, 25(17): 1237–1237.
- 7 Lü Buyun, Yang Kewu, Xue Hongkui, *et al.*. 2 meter length IR coherent bundle of As–Se–Te glass fibers[J]. Infrared and Laser Engineering, 2001, 30(5): 357–360.
吕步云, 杨克武, 薛洪逵, 等. 2 m 长 As–Se–Te 玻璃红外光纤传像束[J]. 红外与激光工程, 2001, 30(5): 357–360.
- 8 Yang Kewu, Wei Guosheng. Image bundle of As–S glass infrared fibers[J]. J Appl Opt, 1999, (1): 32–35.
杨克武, 魏国盛. As–S 玻璃红外光纤传像束[J]. 应用光学, 1999, 20(1): 32–35.
- 9 J Nishii, T Yamashita, T Yamagishi, *et al.*. Coherent infrared fiber image bundle[J]. Appl Phys Lett, 1991, 59(21): 2639–2641.
- 10 Xu Yantao, Guo Haitao, Yan Xingtao, *et al.*. Preparation and applications of low-loss As–S chalcogenide glass fibers[J]. Journal of Inorganic Materials, 2014, 30(1): 97–101.
许彦涛, 郭海涛, 闫兴涛, 等. 低损耗 As–S 玻璃光纤的制备与应用研究[J]. 无机材料学报, 2014, 30(1): 97–101.
- 11 Zhang Zhenyuan, Xu Mingquan, Li Li, *et al.*. Experiment of manufacturing a type of image guide with high resolution and large information content[J]. Fiber Glass, 2010, 2: 28–31
张振远, 徐明泉, 李 莉, 等. 一种高分辨率大信息量光纤传像束的制造工艺试验[J]. 玻璃纤维, 2010, 2: 28–31.
- 12 M Saito, M Takizawa, S Sakuragi, *et al.*. Infrared image guide with bundled As–S glass fibers[J]. Appl Opt, 1985, 24(15): 2304–2308.
- 13 G Tao, S Shabahang, H Ren, *et al.*. Multimaterial rod-in-tube coextrusion for robust mid-infrared chalcogenide fibers[C]. SPIE, 2014, 8982: 898223.
- 14 Bin Zhang, W Guo, Yi Yu, *et al.*. Low loss, high NA chalcogenide glass fibers for broadband mid-infrared supercontinuum generation[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2015, 98(5): 1389–1392.
- 15 Zhang Bin, Yang Zhiyong, Ren He, *et al.*. A Preparation Method for High-Purity Low-Loss Chalcogenide Glasses: China, CN201310219609.3[P]. 2013–10–02.
张 斌, 杨志勇, 任 和, 等. 一种高纯低损耗硫系玻璃的制备方法: 中国, CN201310219609.3[P]. 2013–10–02.
- 16 M Yaman, T Khudiyev, E Ozgur, *et al.*. Arrays of indefinitely long uniform nanowires and nanotubes[J]. Nature Materials, 2011, 10(7): 494–501.
- 17 Y Lavi, A Millo, A Katzir. Flexible ordered bundles of infrared transmitting silver-halide fibers: Design, fabrication, and optical measurements[J]. Appl Opt, 2006, 45(23): 5808–5814.
- 18 Yu Fengxia, Zhou Dechun, Guan Xibin, *et al.*. Study on acid-leaching technique of optical fiber image bundle[J]. Optical Technique, 2009, 35(1): 141–144.
于凤霞, 周德春, 关锡彬, 等. 酸溶法光纤传像束酸溶工艺的研究[J]. 光学技术, 2009, 35(1): 141–144.

栏目编辑: 王晓琰