

doi:10.3788/gzxb20184703.0306002

基于熔融拉锥的高灵敏干涉型微光纤氨气传感器

张敏, 傅海威, 丁继军, 李辉栋, 张静乐, 朱艺, 邵敏

(西安石油大学 理学院 光电油气测井与检测教育部重点实验室, 西安 710065)

摘要: 利用光纤火焰熔融拉锥法, 制作了一种高灵敏微光纤氨气(NH_3)传感器。该传感器将一段长度为 10 mm 的保偏光纤接入普通单模光纤中, 通过光纤火焰熔融拉锥机将保偏光纤熔融拉伸至直径为 8.33 μm 制作而成。该结构基于马赫—曾德干涉仪的原理, 利用保偏光纤纤芯模与包层模相互作用实现模间干涉。外界环境中 NH_3 浓度变化时, 细锥区倏逝场发生变化, 通过检测透射谱中波长的漂移, 实现传感器对环境中 NH_3 浓度的测量。实验结果表明, 当 NH_3 浓度由 8 ppm~56 ppm 变化时, 透射谱向长波方向移动约 5 nm, 且 NH_3 浓度与波长漂移成二次拟合。在 NH_3 浓度为 32 ppm~56 ppm 变化时, 可将 NH_3 浓度与波长漂移近似看成线性关系, 此时传感器的灵敏度为 176.08 pm/ppm。该传感器具有体积小, 制作简单, 灵敏度高等优点, 可用于不同领域的 NH_3 传感测量。

关键词: 微型光纤; 马赫曾德干涉仪; 氨气传感器; 熔融拉锥; 倏逝场

中图分类号: TN253

文献标识码: A

文章编号: 1004-4213(2018)03-0306002-6

High Sensitivity Interferometric Microfiber Ammonia Sensor Based on Optical Fiber Taper

ZHANG Min, FU Hai-wei, DING Ji-jun, LI Hui-dong, ZHANG Jing-le, ZHU Yi, SHAO Min
(Ministry of Education Key Laboratory on Photoelectric Oil-gas Logging and Detecting, School of Science,
Xi'an Shiyou University, Xi'an 710065, China)

Abstract: A highly sensitive microfiber ammonia (NH_3) sensor was fabricated by means of flame melting taper in this paper. The sensor is fabricated by splicing a length of 10 mm Polarization Maintaining Fiber (PMF) in the middle of ordinary Single Mode Fibers (SMF), stretching the PMF down to microscale with diameter of 8.33 μm by using optical fiber melt tapering machine. Based on the principle of Mach-Zehnder Interferometer (MZI), this structure utilizes the interaction of PMF core and cladding modes to achieve inter-mode interference. When the NH_3 concentration changes in the external environment, the evanescent field in the cone area changes. By detecting the wavelength shift of the transmission spectrum, the concentration of ammonia can be measured by fabricated sensors in this paper. The experimental result shows that the sensor has a quadratic correlation to ammonia concentration in the range of 8 ppm~56 ppm, and the wavelength shift about 5nm in the direction of the long wave. The experimental result also shows that the sensor has a linear correlation to ammonia concentration with sensitivity of 176.08 pm/ppm in the range of 32 ppm~56 ppm. The sensor has the advantages of small size, easy fabrication and high sensitivity making it a good candidate for NH_3 sensor in different fields.

Key words: Microfiber; Mach - Zehnder interferometer; Ammonia sensor; Fused taper; Evanescent field

OCIS Codes: 060.2310; 280.4788; 220.4000; 060.2420

基金项目: 陕西省自然科学基础研究计划(No.2016JQ6021), 西安石油大学研究生创新与实践能力培养项目(No.YCS17111019)资助
第一作者: 张敏(1991—), 女, 硕士研究生, 主要研究方向为光纤传感技术。Email: 296892337@qq.com

导师(通讯作者): 傅海威(1966—), 男, 教授, 博士, 主要研究方向为光电子学及光纤传感技术。Email: hfwu@xsysu.edu.cn

收稿日期: 2017-10-07; 录用日期: 2017-11-23

<http://www.photon.ac.cn>

0 引言

氨在化工产品、生物医学以及农业生产中具有重要的应用价值^[1]。研究表明,即使是低浓度的NH₃也有可能对人们的健康造成危害。因此,生活中对NH₃的监测十分重要。目前,用于监测NH₃的技术有金属氧化物半导体探测器、红外气体分析器、色谱-质谱法、光纤传感器等。与前几种技术相比,光纤型气体传感器由于体积小、灵敏度高、成本低、寿命长、抗电磁干扰等优势而备受关注^[2]。目前,国内外人员不断研究高灵敏度、具有选择性的光纤氨气传感器,并将其运用于石油、化工和燃气等行业中^[3]。

马赫-曾德干涉仪(Mach-Zehnder Interferometer, MZI)有错位熔接型、熔融拉锥型、纤芯失配型、气泡型等结构^[4],其中熔融拉锥型制作的微光纤由于具有较强的倏逝场作用,可以对外界环境的变化进行测量。自从2003年,Tong Limin等^[5]通过火焰加热拉伸法,得到550 nm的低损耗微光纤后,针对微纳光纤的研究不断被报道。2014年,Wu Yu等^[6]设计制作了一种涂覆石墨烯的微光纤光栅气体传感器,实验对比了涂覆前后传感器对NH₃和二甲苯(xylene)的灵敏度。涂覆石墨烯后传感器对NH₃的灵敏性提高了10倍,对xylene的灵敏度提高了40倍。2017年,Yu Caibin等^[7]用单模光纤制作了一种直径为8 μm微光纤传感器,对传感器涂覆铂/氧化石墨烯(Pt/GO)后,其对氨气的灵敏度可达10.2 pm/ppm。2017年,盛苗苗等^[8]制作了一种涂覆石墨烯薄膜的微光纤氨气传感器,当光纤直径为3.4 μm时,最大检测灵敏度为10.8 pm/ppm。2017年,Fu Huawei等人^[9]将氧化锌/氧化石墨烯(GO-ZnO)与七芯微光纤相结合,制作了一种灵敏度为31 pm/ppm的微光纤氨气传感器。虽然上述报道的文章中,光纤都经过敏感涂覆材料处理,但传感器对氨气的响应灵敏度不高。

本文提出了一种高灵敏的保偏微光纤氨气传感器,该传感器通过改变光纤拉锥机的行进速度等参数,熔融拉制保偏光纤至8 μm而成。随着光纤直径减小其倏逝场不断增强,使得传感器对外界环境更敏感。整个过程用光谱仪对光谱变化进行实时监测,通过观察透射谱的漂移,测量其对氨气的灵敏性。该传感器具有高的灵敏度,并且制作简单,成本低,可用于氨气的监测。这种传感器的制作没有利用保偏光纤的偏振特性,而是利用保偏光纤拉锥过程中容易激发高阶模并产生干涉的特性。

1 传感原理

1.1 倏逝波原理

光在阶跃光纤中传播,当满足入射角大于临界角时发生全反射,光会被束缚在纤芯内传播,在纤芯外,光纤的轴向会形成呈指数衰减的倏逝场。倏逝波能量衰减规律可描述为^[10]

$$E = E_0 \exp\left(\frac{-\delta}{d_p}\right) \quad (1)$$

式(1)中,E₀是入射光强度,δ为到纤芯与包层界面的轴向距离,d_p是倏逝波的透射深度。由式(1)可以看出透射深度d_p影响能量衰减,并且这种衰减很迅速。其中

$$d_p = \frac{\lambda}{2\pi} \frac{1}{\sqrt{n_1^2 \sin^2 \theta - n_2^2}} \quad (2)$$

式(2)中,n₁,n₂分别是纤芯折射率和包层折射率,λ为入射光波波长,θ为入射光线与界面法线之间的夹角。

因此,光在光纤中传播时,一部分光波能量会以倏逝波的形式逸出纤芯,在包层中传播。从波动理论而言,对于标准阶跃光纤,其基模基本被束缚在纤芯内,很难到达包层。而对于微光纤,由于直径的不断减小,倏逝场作用越来越强,一部分能量会在包层中进行传输。

1.2 传感器原理

图1为传感器结构示意图。当光从锥型过渡区进入锥区时,由于直径的不断减小,一部分纤芯模在倏逝场作用下会耦合进保偏光纤(Polarization Maintaining Fiber, PMF)包层中进行传输,激发PMF包层中的高阶模。所以,在整个锥区,光在纤芯

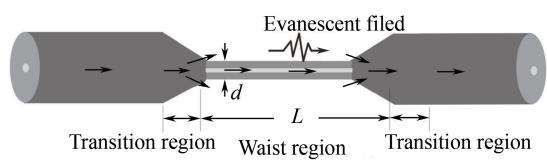


图1 微纳光纤传感器结构示意图
Fig.1 Schematic diagram of the microfiber sensor

和包层中同时传播,且主要传播基模(HE_{11})和高阶模(HE_{12})^[11-12].当两束光从锥区进入锥型过渡区的纤芯时,纤芯模与包层模发生耦合,满足一定的条件时产生干涉.PMF包层起到传感臂的作用,由于纤芯和包层的折射率不同,所以两束光的光程差不同,从而产生相位差^[13].

光传输一段距离后,包层模与纤芯模之间的相位差满足^[14-16]

$$\Delta\varphi = \frac{2\pi(n_{\text{core}}^{\text{eff}} - n_{\text{clad}}^{\text{eff}})}{\lambda} L = \frac{2\pi\Delta n_{\text{eff}}}{\lambda} L \quad (3)$$

式中, $n_{\text{core}}^{\text{eff}}$ 是PMF纤芯模的有效折射率, $n_{\text{clad}}^{\text{eff}}$ 是PMF包层模的有效折射率, Δn_{eff} 是纤芯模与包层模之间的有效折射率之差, λ 表示入射波长, L 表示PMF锥腰部分长度.传感器的传输强度可以表示为

$$I = I_{\text{core}} + I_{\text{clad}} + 2\sqrt{I_{\text{core}}I_{\text{clad}}} \cos(\Delta\varphi) \quad (4)$$

式中, I_{core} 是纤芯模的光强, I_{clad} 是包层模的光强.外界气体浓度的改变,会使微光纤外气体折射率(n_{ext})变化,进而使纤芯模和包层模有效折射率发生变化,导致相位发生变化,考虑到模式色散,可以将折射率灵敏度定义为^[17]

$$\frac{d\lambda}{dn_{\text{ext}}} = \frac{\lambda}{\Delta n_{\text{eff}}} \frac{\partial n_{\text{eff}}}{\partial n_{\text{ext}}} / \left(1 - \frac{\lambda}{\Delta n_{\text{eff}}} \frac{\partial \Delta n_{\text{eff}}}{\partial \lambda} \right) \quad (5)$$

由式(5)可知,微光纤外气体折射率(n_{ext})的变化,会引起透射谱波长的漂移.因此,可以通过观察透射谱波长的漂移,实现对气体传感器测量.

2 实验结果与分析

2.1 传感器的制作

利用SMF-PMF-SMF方式熔接光纤,再将PMF熔融拉锥制作微光纤传感器.实验中使用的单模光纤(Single Mode Fiber, SMF)纤芯直径为9 μm,包层直径为125 μm(长飞公司生产);PMF纤芯直径为16 μm,包层直径为125 μm(长飞公司生产);熔接机为普通商用光纤熔接机(古河 S177B);光源为ASE3700型宽带光源(Broadband Light Source, BBS);光谱分析仪(Optical Spectrum Analyzer, OSA)是MS9774型光谱仪;光纤拉锥机型号为SCS-4000,采用H₂火焰喷射器作为高温热源,火焰宽度约为2 mm.

具体的制作过程为:先用熔接机将一段长为10mm的PMF熔接在两段普通SMF中间,将SMF与BBS和OSA连接,BBS作为光源进入光纤中,OSA监测整个拉锥过程.接着将PMF置于光纤拉锥机火焰喷射器对应的高温中心处,对行进速度等参数做一设定.初始速度设定为0.01 mm/s,当拉锥到5 mm时速度改为0.15 mm/s,12 mm时速度改为0.06 mm/s.施加拉力后光纤受热部分缓慢伸长,直径不断减小,最终得到锥区长度为15 mm,锥腰区直径为8.33 μm的微光纤,如图2(a).经过多次试验,当拉伸使光纤直径为8 μm左右时,光谱分析仪上会出现稳定的干涉谱,如图2(b).图2(c)所示是微光纤拉锥系统的示意图.

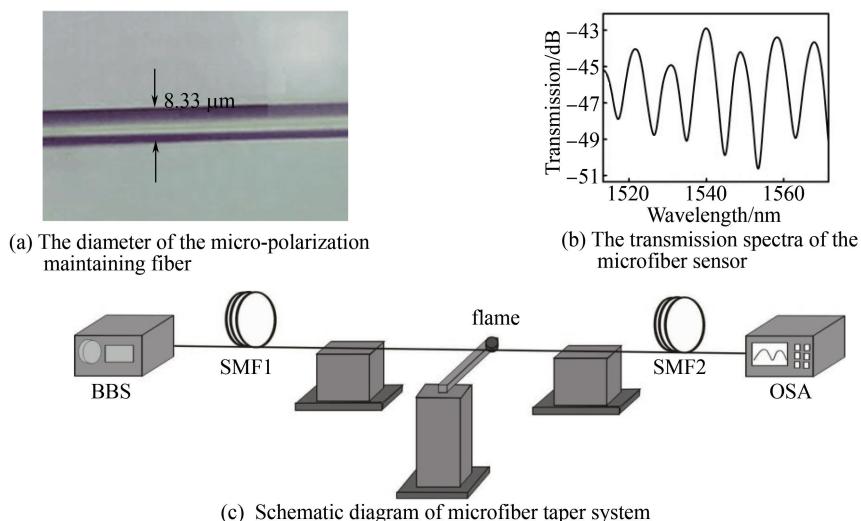


图2 微光纤的制作过程
 Fig.2 Fabrication process of microfiber

2.2 氨气响应实验

图3为气体测量装置.将制作好的传感器放入气室中,两端分别与OSA和BBS连接.实验中从进气口将NH₃注入气室中,每次注入一定量,使气体浓度达到8 ppm,整个过程计时8 min.依次测量NH₃浓度为8~56 ppm时传感器对NH₃的响应,观察透射光谱的变化并用光谱仪进行数据采集.整个实验在室温下进行,温度的微小波动对实验结果的影响可以忽略.实验结果如图4、图5.

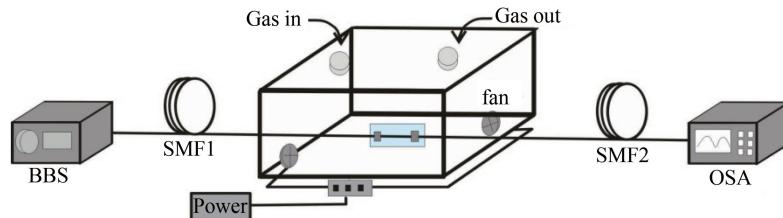


图3 气体测量实验装置
Fig.3 Experimental setup for gas measurement

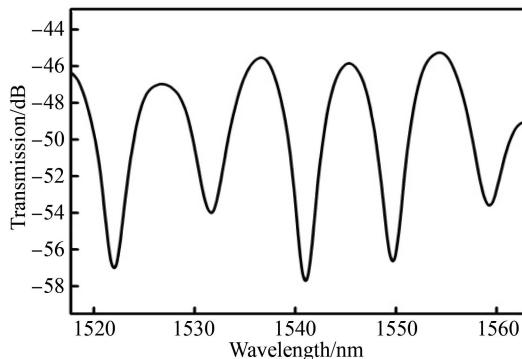


图4 微光纤传感器的透射谱

Fig.4 The transmission spectra of the microfiber sensor

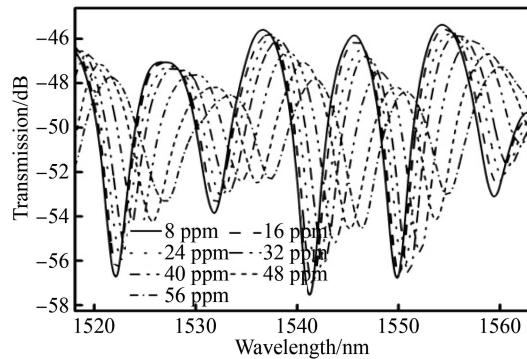
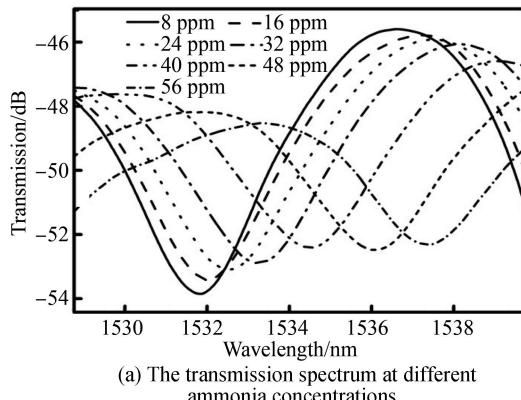


图5 不同NH₃浓度下的透射谱

Fig.5 Transmission spectrum at different ammonia concentration



(a) The transmission spectrum at different ammonia concentrations

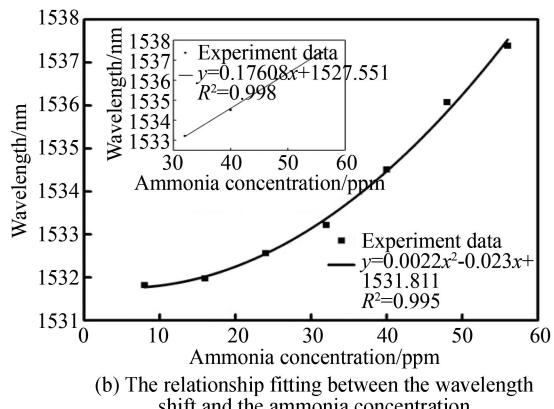


图6 波长在1 532 nm附近,透射谱与NH₃浓度的关系

Fig.6 The relationship between the transmission spectrum and the ammonia concentration near the wavelength of 1 532 nm

图4是拉制PMF后制作的传感器的输出光谱.图5为传感器随着外界NH₃浓度变化形成的光谱图.图4(a)、7(a)是图5透射谱的局部放大图.由图6(b)、图7(b)可知,当NH₃浓度由8 ppm变化至56 ppm时,透射谱向长波方向漂移了约5nm,波长漂移与浓度之间拟合成二次关系,且拟合系数均在0.99以上.当NH₃浓度从32 ppm到56 ppm变化时,可将波长漂移与浓度的关系看成线性关系,在图6(b)中,波长漂移与NH₃浓度的拟合线性系数为0.998,灵敏度为176.08 pm/ppm.在图7(b)中,波长漂移与NH₃浓度的拟合线性系数为0.994,灵敏度为157.12 pm/ppm.其他波谷漂移与上述两个波谷漂移的方向一致,且灵敏度均在160 pm/ppm附近.与文献[7-9]中提到的几种NH₃传感器相比,本文设计的传感器灵敏度更高.

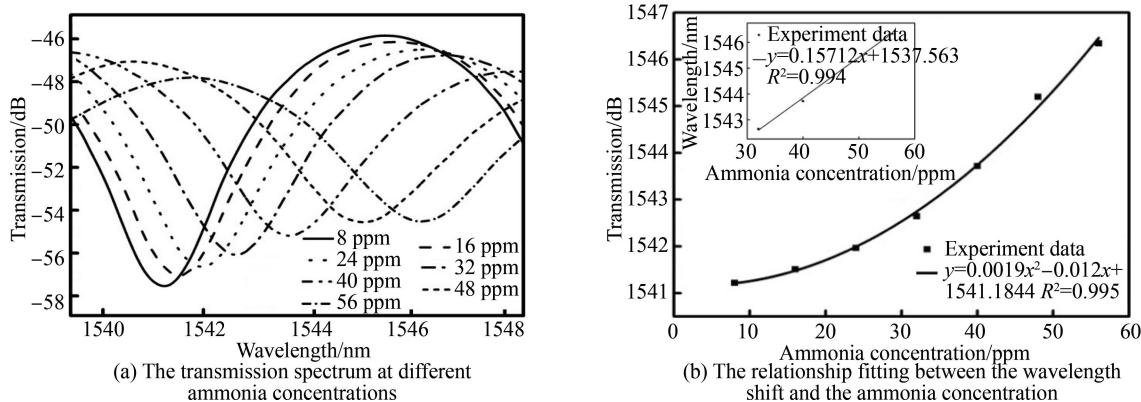
图 7 波长在 1 541 nm 附近,透射谱与 NH₃ 浓度的关系

Fig.7 The relationship between the transmission spectrum and the ammonia concentration near the wavelength of 1 541 nm

同时,对传感器的乙醇、甲醇和丙酮响应特性进行了实验研究.如图 8 所示,是传感器对四种气体灵敏性的对比.由图 8 可知,该传感器对这四种气体的响应灵敏性大小不同,对氨气的传感响应明显高于其他三种气体.这说明,对这四种气体而言,氨气浓度的变化对包层模的折射率影响较大.因此,根据传感器对氨气的响应灵敏性,本文制作的传感器可用于氨气传感测量.

3 结论

提出了一种基于倏逝波的高灵敏微型保偏光纤氨气传感器.该传感器基于 MZI 原理,利用保偏光纤拉锥过程中容易激发高阶模的特性,采用光纤熔融拉锥技术拉制微米级保偏光纤锥,实现了模间干涉.实验对比了传感器对氨气、乙醇、甲醇和丙酮的响应灵敏性,发现传感器对氨气的响应明显高于其他三种气体.因此,根据对氨气的响应,将该传感器用于氨气灵敏性测量.由实验结果可知,在外界 NH₃ 浓度为 8~56 ppm 时,波长漂移与氨气浓度之间有稳定的二次曲线关系.在外界 NH₃ 浓度为 32~56 ppm 时,传感器的响应灵敏度为 176.08 pm/ppm.在加之传感器体积小,制作简单,在氨气泄漏,环境安全监测方面具有很好的应用前景.

参考文献

- [1] TIMMER B, OLTHUIS W, VAN DEN BERG A. Ammonia sensors and their applications—a review[J]. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2005, **107**(2): 666-677.
- [2] SUN L, SEMENOVA Y, WU Q, et al. High sensitivity ammonia gas sensor based on a silica-gel-coated microfiber coupler[J]. *Journal of Lightwave Technology*, 2017, **35**(14): 2864-2870.
- [3] PARK M S, KIM K H, KIM M J, et al. NH₃ gas sensing properties of a gas sensor based on fluorinated graphene oxide [J]. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2016, **490**: 104-109.
- [4] LI Hui-dong, FU Hai-wei, SHAO Min, et al. In-fiber Mach-Zehnder interferometer based on cascading fiber air bubble for high sensitivity liquid refractive index measurement[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2016, **45**(7): 0706006.
李辉栋,傅海威,邵敏,等. 基于光纤气泡级联的高灵敏度马赫曾德干涉液体折射率传感器[J]. 光子学报,2016,**45**(7): 0706006.
- [5] TONG L, 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.
- [6] WU Y, YAO B, ZHANG A, et al. Graphene-coated microfiber Bragg grating for high-sensitivity gas sensing[J]. *Optics Letters*, 2014, **39**(5): 1235-1237.
- [7] YU C, WU Y, LIU X, et al. Miniature fiber-optic NH₃ gas sensor based on Pt nanoparticle-incorporated graphene oxide [J]. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2017, **244**: 107-113.
- [8] SHENG Miao-miao, FAN Peng-cheng, YU Bo, et al. Ammonia sensor based on microfiber modal interferometer and graphene film[J]. *Chinese Journal of Quantum Electronics*, 2017, **34**(3): 379-384.

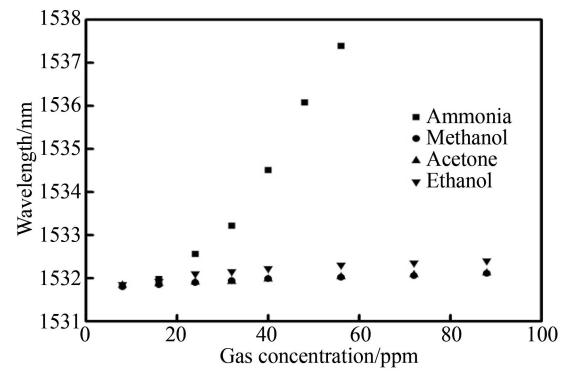


图 8 传感器对不同气体的灵敏性
Fig.8 Sensitivity of the sensor to different gases

- 盛苗苗,范鹏程,于波,等. 基于微纳光纤模式干涉仪和石墨烯薄膜的氨气传感器[J]. 量子电子学报,2017,34(3):379-384.
- [9] FU H, JIANG Y, DING J, et al. Zinc oxide nanoparticle incorporated graphene oxide as sensing coating for interferometric optical microfiber for ammonia gas detection[J]. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2018, **254**: 239-247.
- [10] QIU H, GAO S, CHEN P, et al. Evanescent wave absorption sensor based on tapered multimode fiber coated with monolayer graphene film[J]. *Optics Communications*, 2016, **366**: 275-281.
- [11] JI W B, LIU H H, TJIN S C, et al. Ultrahigh sensitivity refractive index sensor based on optical microfiber[J]. *IEEE Photonics Technology Letters*, 2012, **24**(20): 1872-1874.
- [12] FRAWLEY M C, PETCU-COLAN A, TRUONG V G, et al. Higher order mode propagation in an optical nanofiber [J]. *Optics Communications*, 2012, **285**(23): 4648-4654.
- [13] BIAN Ji-cheng, LANG Ting-ting, DONG Xin-yong, et al. Study of polarization maintaining fiber temperature sensor based on Mach-Zehnder interferometer[J]. *Journal of Optoelectronics • Laster*, 2016, **27**(7): 687-691.
卞继城,郎婷婷,董新永,等. 基于马赫-曾德尔干涉仪的保偏光纤温度传感器研究[J]. 光电子·激光,2016,27(7):687-691.
- [14] PAWAR D, KALE S N. Birefringence manipulation in tapered polarization-maintaining photonic crystal fiber Mach-Zehnder interferometer for refractive index sensing[J]. *Sensors and Actuators A: Physical*, 2016, **252**: 180-184.
- [15] SHEN C, ZHONG C, YOU Y, et al. Polarization-dependent curvature sensor based on an in-fiber Mach-Zehnder interferometer with a difference arithmetic demodulation method[J]. *Optics Express*, 2012, **20**(14): 15406-15417.
- [16] LI W, HU Z, LI X, et al. High-sensitivity microfiber strain and force sensors[J]. *Optics Communications*, 2014, **314**: 28-30.
- [17] SHAO M, QIAO X, FU H, et al. High sensitivity refractive index sensing of Mach-Zehnder interferometer based on multimode fiber core sandwiched between two waist-enlarged fiber tapers[J]. *Optics Communications*, 2013, **311**(2): 359-363.

Foundation item: The Natural Science Foundation of Shaanxi Province (No.2016JQ6021), Graduated Student Innovation & Practice Ability Training Project of Xi'an Shiyou University (No.YCS17111019)