

高温退火程式对光纤布拉格光栅热重生性能影响研究

陈焕权¹, 董忠级², 陈振威¹, 周金¹, 苏俊豪¹, 王浩¹, 郑加金^{1,3*}, 余柯涵^{1,3}, 韦玮^{1,3}

1. 南京邮电大学电子与光学工程、微电子学院, 江苏 南京 210023

2. 中国有色金属工业西安勘察设计研究院有限公司, 陕西 西安 710054

3. 江苏省特种光纤材料与器件制备及应用工程研究中心, 江苏 南京 210023

摘要 光纤布拉格光栅(FBG)是一种广泛应用于光纤通信和传感领域的关键器件,具有灵敏度高、体积小及抗电磁干扰等诸多优点,但长时间工作在高温环境下其光栅特性会逐渐衰退甚至完全擦除,极大地限制了FBG在工业生产、石油电力、航空航天等一些特殊领域的应用。通过高温退火处理有望使FBG在高温擦除后重新生长出能在高温环境下稳定工作的热重生FBG(RFBG)。因此,研究高温退火程式对RFBG性能的影响具有重要意义。基于248 nm准分子激光器,以相位掩模法制作得到反射光谱中心波长为1548.5 nm、反射率为97.8%、3 dB带宽为0.36 nm的初始FBG,再利用高温管式炉对初始FBG进行高温退火处理,发现FBG在950 °C时实现热重生,得到反射光谱中心波长为1546.7 nm、反射率为50.6%、3 dB带宽为0.19 nm的RFBG;进一步研究发现,在950 °C实现高温热重生后退火程式对RFBG性能有很大影响,对RFBG采用急速冷却、缓慢冷却和自然冷却以及氩气气氛下自然冷却4种方式进行退火处理并与初始光栅进行对比,结果发现采用急速冷却方式处理的RFBG机械性能最佳,其保留了初始光栅约50%的机械强度,优于缓慢冷却、自然冷却处理仅分别保留初始光栅22.2%和29.9%机械强度的RFBG,并发现在氩气中进行退火处理有利于RFBG机械强度的提升,同样是自然冷却,在氩气气氛中退火得到的RFBG保留了初始光栅43%的机械强度。进一步对采用急速冷却方式处理的RFBG进行热循环、热稳定性等测试。结果表明,RFBG在150~1050 °C内三次加热循环结果完全重叠,温度灵敏度为16.30 pm·°C⁻¹,温度灵敏度相关系数R²为0.99538,且在800 °C温度下进行热稳定性测试7 h,波长总漂移量仅为0.08 nm,表明所制备的RFBG具备良好的测温性能和稳定性。该研究作为RFBG高温传感器的实用化和工程化应用提供了一定的理论与实验依据。

关键词 光纤布拉格光栅; 高温退火; 热重生光纤光栅; 热稳定性

中图分类号: TN253

文献标识码: A

DOI: 10.3964/j.issn.1000-0593(2022)06-1934-05

引言

光纤布拉格光栅(FBG)是一种通过一定方法使光纤纤芯折射率发生轴向周期性调制而形成的衍射光栅,相当于在纤芯内形成一个窄带滤波器,能够对特定波长的光产生反射^[1]。FBG的反射光中心波长对应应变、温度等外界环境参量的变化十分敏感,且具有抗电磁干扰、重量轻、体积小、复用性强等优点,是一种广泛应用于光纤通信和光纤传感领域的关键器件^[2]。常规的FBG一般只能在300 °C以下的环境中使用,当在较高温度环境中应用时,纤芯的折射率周期性

调制会缓慢消失直至完全擦除,这种现象称为FBG的热衰退现象。这就使得普通的FBG传感器难以满足在工业生产、石油电力、航空航天等一些特殊领域传感器应用需求,从而极大地限制了FBG在极端环境中的应用^[3-4]。因此研制性能稳定的耐高温FBG具有重要理论意义与实际价值。

目前,对于耐高温FBG的研究主要有蓝宝石光栅、II型光栅、II-IR型光栅、热重生光栅等^[5-7]。其中热重生光纤布拉格光栅(RFBG)是指通过高温退火的方法使I型FBG在其光敏性被高温擦除后重新生长的光纤光栅,所得到的RFBG可以在1000 °C以上的高温环境稳定工作^[8-9]。近10年来,国内外众多研究者对RFBG及其形成机理进行了大量的研

收稿日期: 2021-06-07, 修订日期: 2021-08-19

基金项目: 国家自然科学基金项目(62075100)资助

作者简介: 陈焕权, 1996年生, 南京邮电大学电子与光学工程、微电子学院硕士研究生 e-mail: 826064881@qq.com

* 通讯作者 e-mail: zhengjj@njupt.edu.cn

究。2016 年,北京航空航天大学的王巧妮等通过对 FBG 再生时间与处理温度关系模型的研究^[10],提出载氢光纤光栅的再生温度阈值为 770 °C。2020 年,香港理工大学 Gunawardena 等报道了热重生光纤光栅应用于超过 1 400 °C 的超高温测量^[8]。总体而言,目前对于 RFBG 的研究主要集中在 FBG 的热重生机理、光纤的载氢增敏及掺杂情况对 FBG 热重生性能的影响等方面^[11-13],但对于高温退火方式对 RFBG 性能的影响,尤其是对其应力与机械性能的影响等方面的研究仍然存在许多不充分和不足之处,还有待进一步完善和解决。

鉴于此,在利用掩模法制作 I 型光栅的基础上,对 FBG 在高温条件下的热重生过程进行了研究,进一步对在空气中重生后的 FBG,分别采用急速冷却、缓慢冷却、自然冷却及在氩气气氛下自然冷却等几种不同方式进行退火,详细分析和讨论了不同退火方式对 RFBG 光谱特性及其机械性能的影响。在此基础上对采用急速冷却方式处理的 RFBG 进行热循环、热稳定性测试,结果表明 RFBG 在 150~1 050 °C 温度范围内表现出良好的温度特性,且具有较好的机械性能。本研究工作有望为耐高温 FBG 的工程化应用提供可靠的理论

与实验依据。

1 实验部分

将 SMF-28 石英单模光纤(G652D)在 40 °C、12 MPa 的高压载氢装置中进行载氢增敏处理 120 h,再利用 248 nm 准分子激光器(COMPexPro205, Coherent)通过相位掩模法对载氢后的光纤进行刻写,获得初始种子 FBG。

FBG 的热重生及高温反射谱实时测试系统如图 1(a)所示,主要包括宽带光源(Super Kuersa, KOHERAS)、光谱仪(AQ6370D, Yokogawa)、高温管式炉(OTF-1200X-S, 合肥科晶)及光环形器组成。实验中宽带光源发出的光经过光环形器 2 端口入射到置于高温管式炉中的 FBG,FBG 反射的光由光环形器 3 端口进入光谱仪。高温管式炉通过一定的退火程序对 FBG 进行高温退火处理,并通过光谱仪实时扫描光谱观察光栅的擦除与生长情况。进一步,使用拉力测试仪(SHIMADZU)对 FBG 热重生前后机械强度进行测试。最后使用 304 不锈钢半实芯管对 RFBG 进行封装,如图 1(b)所示。

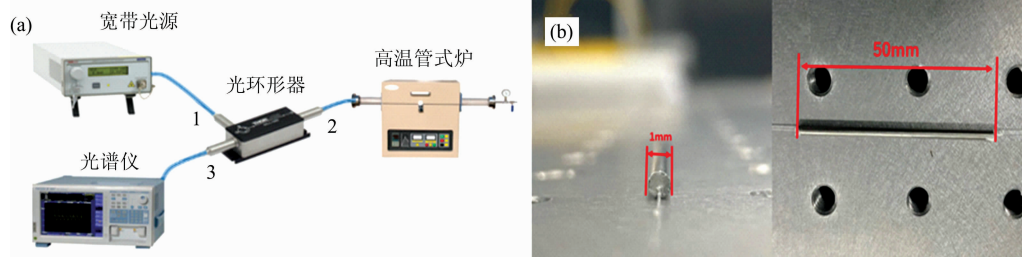


图 1 (a)FBG 的热重生及高温反射谱实时测试装置; (b)不锈钢管封装 FBG

Fig. 1 (a) Thermal regeneration of fiber Bragg grating and high temperature reflectance spectrum real-time test device; (b) stainless steel tube encapsulated FBG

2 结果与讨论

为了研究 FBG 反射率随温度与时间的关系,对刻写的初始 FBG 进行高温处理实验。将 FBG 置于高温管式炉内,在空气气氛中以 $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 的速度从室温 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 开始升温,同时通过光谱仪实时监测 FBG 的反射光谱随时间的变化情况,结果如图 2(a)所示。

图 2(b)为在空气气氛中以 $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 的速度升温并在 $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温退火前、后初始 FBG 和 RFBG 的反射和透射光谱。从图中可以看出,热重生前 FBG 的反射光谱中心波长为 $1\ 548.5\text{ nm}$, 3 dB 带宽为 0.36 nm ,热重生后 FBG 中心波长由于热膨胀相较于初始 FBG 蓝移了 1.8 nm , 3 dB 带宽减小到了 0.19 nm 。随着温度升高,激光照射时形成的羟基键逐渐变弱并断裂,重新形成硅氧键和锆氧键并产生水分子,表现为光栅逐渐衰减并最终消失,而水分子浓度的周期性分布导致再生光纤光栅中纤芯折射率周期性分布^[14]。此外,从图 2(b)还可知,初始 FBG 的透射深度为 16.58 dB ,热重生后 FBG 的透射深度仅为 3.06 dB ,也即热处理后 FBG 的强

度下降了约 13.5 dB ,结合反射谱强度计算可得到 FBG 热重生前、后的反射率分别为 97.8% 和 50.6% 。定义热重生前、后的 FBG 的反射率之间的比值为热重生率 $R_{\text{regeneration}}$,可知本文得到的 RFBG 的 $R_{\text{regeneration}}$ 约为 51.7% ,表明热重生过程对于 FBG 的反射率有较大抑制,但此值优于一般条件下得到的 RFBG 的值^[15],完全能满足一般高温 FBG 传感的应用。

值得注意的是,经高温热重生后获得的 RFBG,发现其脆性基本都较大,机械性能非常差,几乎不能正常封装使用。对此分析可能是由于退火时间和气氛所致,因此考虑采取不同方式进行退火,研究不同退火程式对 RFBG 性能的影响。对同条件重生的 FBG 分别使用急速冷却(直接将 RFBG 从炉膛取出,大约 30 s 降至室温)、慢速冷却(在炉膛中以 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ 的速度降至室温)、自然冷却(关闭管式炉加热, RFBG 在炉膛内自然冷却至室温)以及在氩气气氛下自然冷却这 4 种方式进行退火处理,得到 4 组 RFBG 样品,并以未经高温处理的 FBG 为标准样对照。对上述 5 组 FBG 进行极限拉力测试发现,相比于标准 FBG 可承受 3.68 N 的极限拉力,急速冷却处理的 RFBG 可承受的极限拉力约为 1.78 N ,其保留了初始光栅约 50% 的机械强度,在 4 组退火方式所得

的 RFBG 中性能最佳,而在管式炉内缓慢冷却的 RFBG 性能最差,其可承受的极限拉力约为 0.82 N,仅保留了初始光栅 22% 的机械强度。进一步发现,在氩气气氛中退火得到的 RFBG 保留了初始光栅 43% 的机械强度,仅次于急速冷却处理的 RFBG,相比于空气气氛自然冷却得到的 REBG,其机械强度性能提高了近 12%。相比之下,急速冷却处理的 RFBG 比自然冷却处理的 RFBG 机械强度提高了将近 20%,而比慢速冷却的 RFBG 机械强度提高了将近 27%。由此可见,

以急速冷却或氩气气氛保护隔绝空气的方式退火有利于 RFBG 机械性能的提升。同时也表明,退火时间和气氛均会影响 RFBG 的机械性能,相同条件下退火时间越短,RFBG 的机械性能越好,并且空气也会对 RFBG 的机械性能造成负面影响。因此,采取在氩气气氛中急速冷却的方式退火有望进一步提升 RFBG 的性能,但由于在氩气气氛的封闭环境中较难进行急速冷却,目前正在尝试改进实验装置。

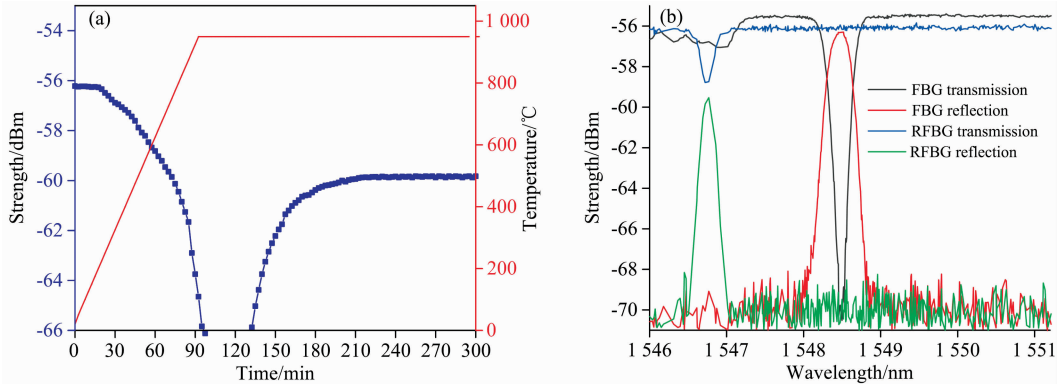


图 2 (a) FBG 热重生过程中温度和反射强度随时间变化; (b) FBG 与 RFBG 反射与透射光谱
Fig. 2 (a) Evolution of temperature and grating reflection intensity with time during thermal regeneration;
(b) FBG and RFBG reflection and transmission spectra prepared

进一步实验发现,不同退火方式得到的 RFBG,虽然机械性能相差很大,但是温度特性却相差不大。选取急速冷却处理得到的机械性能较好的 RFBG 置于高温管式炉中进行温度稳定性测试,结果如图 3 所示。其中图 3(a)为 150~1050 °C 三次加热循环过程中 RFBG 的反射谱中心波长与温度的对应关系,从图中可以清楚地观察到三次加热循环结果几乎完全重叠,表明制作的 RFBG 在至少 1050 °C 高温作用

下具有良好的温度重复特性。对实际测温点进行线性拟合,可得到如图 3(b)所示的波长与温度的漂移关系。从图 3(b)中可以看到,在 150~1050 °C 温度范围内 RFBG 的反射谱中心波长与温度具有良好线性度和稳定度,计算可得其温度灵敏度为 $16.30 \text{ pm} \cdot \text{°C}^{-1}$,对应温度灵敏度相关系数 R^2 为 0.99538,表明本文所制备的 RFBG 具备良好的测温性能。

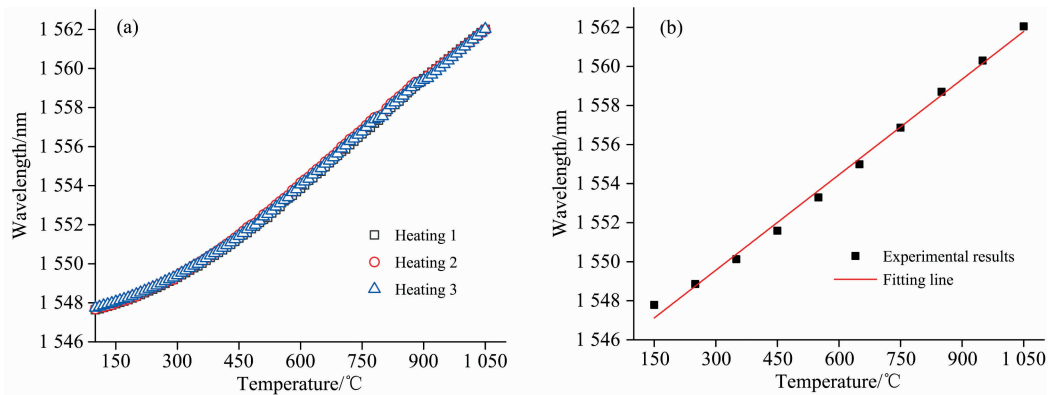


图 3 (a) RFBG 150~1050 °C 循环加热测试; (b) RFBG 150~1050 °C 温度测试
Fig. 3 (a) Measurement of RFBG by cyclic heating at 150~1050 °C; (b) RFBG 150~1050 °C temperature test

在实际应用中,RFBG 波长的稳定性决定了其制成的温度传感器的稳定性,为了验证实际应用中 RFBG 长时间工作在高温下波长的稳定性,分别在 800,900 和 1000 °C 下进行了 7 h 稳定性实验,结果如图 4 所示。从图 4 中明显可以看出,800 和 900 °C 条件下 RFBG 的反射谱中心波长分别约为

1558.2 和 1559.5,其中心波长在 7 h 内高温环境下仅有微小的波动,而在 1000 °C 的条件下,中心波长出现一定的偏移。在恒温 7 h 情况下,800 和 900 °C 条件下波长总偏移量(总偏移量为波长稳定性测试结束时的中心波长与开始时的中心波长之差)分别仅为 0.08 和 0.09 nm,而 1000 °C 条件

下波长总偏移量为 0.37 nm。在 1 000 °C 下中心波长漂移值有所增加，可能是因为实验所用高温管式炉在上限 1 100 °C 高温附近工作时存在较大的温度漂移，从而引起 RFBG 反射中心波长的漂移。

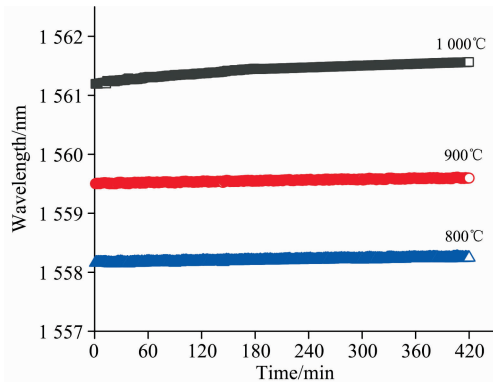


图 4 RFBG 中心波长稳定性测试

Fig. 4 RFBG center wavelength stability test

3 结 论

在 FBG 在高温条件下热衰退与热重生的演变过程，以及高温退火程式对 RFBG 性能的影响，得到反射率为 50.6%、重生率约为 51.7% 的 RFBG，对 RFBG 采用急速冷却、缓慢冷却和自然冷却以及氩气气氛下自然冷却 4 种方式进行退火处理，结果发现采用急速冷却方式处理的 RFBG 性能最佳，其保留了初始光栅 50% 的机械强度，优于缓慢冷却、自然冷却处理仅分别保留初始光栅 22.2% 和 29.9% 机械强度的 RFBG，并发现在氩气中进行退火处理有利于 RFBG 机械强度的提升，表明退火程式对 RFBG 的性能影响显著，加快退火速度，进行气氛保护有利于提升 RFBG 的性能；进一步对急速冷却方式处理的 RFBG 进行温度特性测试，获得 150~1 050 °C 温度范围内 RFBG 的温度灵敏度为 $16.30 \text{ pm} \cdot \text{°C}^{-1}$ ，温度灵敏度相关系数 R^2 为 0.995 38，同时 800 和 900 °C 下 7 h 恒温过程中波长总偏移量仅分别为 0.08 和 0.09 nm。总之，本文制备的 RFBG 在具备优良温度灵敏度和高温热稳定性的同时，还具有较好机械性能，可满足一般的高温温度传感需求，有望为 RFBG 高温传感器的实用化提供可靠的理论与实验依据。

References

- [1] REN Yue, ZHANG Yu-min, ZHONG Guo-shun, et al(任 越, 张钰民, 钟国舜, 等). Laser and Infrared(激光与红外), 2020, 50(5): 598.
- [2] MA Chi, ZENG Jie, ZHANG Jing-chuan, et al(马 驰, 曾 捷, 张景川, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2017, 37(9): 2927.
- [3] Mihailov S.J. Sensors, 2012, 12(2): 1898.
- [4] XUE Yuan-ze, WANG Xue-feng, LUO Ming-ming, et al(薛渊泽, 王学锋, 罗明明, 等). Laser and Optoelectronics Progress(激光与光电子学进展), 2018, 55(2): 020007.
- [5] NIE Ming, ZHANG Dong-sheng, WU Meng-qi, et al(聂 铭, 张东生, 吴梦琦, 等). Laser and Optoelectronics Progress(激光与光电子学进展), 2017, 54(5): 050601.
- [6] YANG Zhang-cheng, XU Han-feng, DONG Xin-yong(杨樟成, 徐汉锋, 董新永). Laser and Optoelectronics Progress(激光与光电子学进展), 2012, 49(5): 050003.
- [7] Bueno A, Kinet D, Megret P, et al. Optics Letters, 2013, 38(20): 4178.
- [8] Gunawardena D S, Law O K, Liu Z, et al. Optics Express. 2020, 28(7): 10595.
- [9] Wang T, Shao L, Canning J, et al. Optics Letters, 2013, 38: 247.
- [10] WANG Qiao-ni, YANG Yuan-hong, HE Jun, et al(王巧妮, 杨远洪, 何 俊, 等). Acta Optica Sinica(光学学报), 2016, 36(3): 0306001.
- [11] Yang H Z, Qiao X G, Das S, et al. Optics Letters, 2014, 39(22): 6438.
- [12] Cook K, Shao, L Y, Canning J. Optical Materials Express, 2012, 2(12): 1733.
- [13] Celikin M, Barba D, Tagziria K, et al. Optics Communications, 2019, 435: 345.
- [14] Zhang B, Kahrizi M. IEEE Sensors Journal, 2007, 7(4): 586.
- [15] Bandyopadhyay S, Canning J, Biswas P, et al. Optics Express, 2011, 19(2): 1198.

Study on the High Temperature Annealing Process of Thermal Regeneration Fiber Bragg Grating

CHEN Huan-quan¹, DONG Zhong-ji², CHEN Zhen-wei¹, ZHOU Jin¹, SU Jun-hao¹, WANG Hao¹, ZHENG Jia-jin^{1,3*}, YU Ke-han^{1,3}, WEI Wei^{1,3}

1. College of Electronic and Optical Engineering & College of Microelectronics, Nanjing University of Posts and Telecommunications, Nanjing 210023, China
2. Xi'an Engineering Investigation and Design Research Institute of China Nonferrous Metals Industry, Xi'an 710054, China
3. Jiangsu Province Engineering Research Center for Fabrication and Application of Special Optical Fiber Materials and Devices, Nanjing 210023, China

Abstract Fiber Bragg Grating (FBG) is a key device widely used in optical fiber communication and sensing. It has many advantages such as high sensitivity, small size and anti-electromagnetic interference. However, it will gradually decline and even be completely erased in a high-temperature environment for a long time, which greatly limits the application of FBG in some special fields such as industrial production, petroleum and electric power, aerospace, etc. Through high-temperature annealing treatment, it is expected that FBG can regenerate thermal regenerated FBG (RFBG), which can work stably in high-temperature environments after high-temperature erasure. Therefore, it is of great significance to study the influence of high-temperature annealing process on RFBG performance. In this paper, based on a 248 nm excimer laser, an initial FBG with a reflection spectrum center wavelength of 1 548.5 nm, a reflectivity of 97.8%, and a 3 dB bandwidth of 0.36 nm is produced by the phase mask method. It is found that FBG achieves thermal regeneration at 950 °C, and an RFBG with a reflection spectrum center wavelength of 1 546.7 nm, reflectivity of 50.6%, and 3dB bandwidth of 0.19 nm is obtained; further research found that the annealing program after high-temperature thermal regeneration at 950 °C has an effect on RFBG. The performance has a great impact. The RFBG is annealed by four methods: rapid cooling, slow cooling, natural cooling, and natural cooling in an argon atmosphere, and compared with the initial grating. It is found that the RFBG treated with rapid cooling has the best mechanical performance. It retains about 50% of the mechanical strength of the initial grating, which is better than the slow cooling and natural cooling treatments, which only retain 22.2% and 29.9% of the mechanical strength of the initial grating, respectively. It is found that annealing in argon is beneficial to the mechanical strength of RFBG. The improvement is also natural cooling, and the RFBG annealed in an argon atmosphere retains 43% of the mechanical strength of the initial grating. Further tests on thermal cycling and thermal stability of the RFBG treated with rapid cooling. The results show that the results of the three heating cycles of RFBG at 150~1 050 °C completely overlap, the temperature sensitivity is 16.30 pm · °C⁻¹, the temperature sensitivity correlation coefficient R^2 is 0.995 38, and the thermal stability test is carried out at 800 °C for 7 h, the total wavelength drift amount is only 0.08 nm, indicating that the RFBG prepared in this article has good temperature measurement performance and stability. The research work in this paper provides a certain theoretical and experimental basis for the practical and engineering application of RFBG high-temperature sensors.

Keywords Fiber Bragg grating; High-temperature annealing; Regenerated fiber Bragg grating; Thermal stability

(Received Jun. 7, 2021; accepted Aug. 19, 2021)

* Corresponding author