

光纤光热干涉气体检测技术研究进展

苗银萍 靳伟 杨帆 林粤川 谭艳珍 何海律

Advances in optical fiber photothermal interferometry for gas detection

Miao Yin-Ping Jin Wei Yang Fan Lin Yue-Chuan Tan Yan-Zhen Hoi Lut Ho

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 66, 074212 (2017) DOI: 10.7498/aps.66.074212

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.66.074212>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2017/V66/I7>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

锥柱型光纤探针在表面增强拉曼散射方面的应用

[Application of cone-cylinder combined fiber probe to surface enhanced Raman scattering](#)

物理学报.2017, 66(4): 044208 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.66.044208>

环绕空气孔结构的双模大模场面积多芯光纤的特性分析

[Dual-mode large-mode-area multi-core fiber with circularly arranged airhole cores](#)

物理学报.2017, 66(2): 024210 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.66.024210>

基于色散效应的光纤光栅高速高精度解调方法研究

[High speed and high precision demodulation method of fiber grating based on dispersion effect](#)

物理学报.2017, 66(1): 014206 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.66.014206>

基于偏振延时干涉技术的光子波形产生技术研究

[Photonic microwave waveform generation based on polarization delay interference](#)

物理学报.2016, 65(22): 224203 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.224203>

少模光纤的弯曲损耗研究

[Study on bending losses of few-mode optical fibers](#)

物理学报.2016, 65(6): 064208 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.064208>

专题: 光纤传感

光纤光热干涉气体检测技术研究进展*

苗银萍¹⁾²⁾ 靳伟^{1)2)†} 杨帆¹⁾²⁾ 林粤川¹⁾²⁾ 谭艳珍¹⁾²⁾ 何海律¹⁾²⁾

1)(香港理工大学, 电机工程学系, 香港)

2)(香港理工大学深圳研究院, 深圳 518057)

(2017年4月1日收到; 2017年4月5日收到修改稿)

本文阐述光纤光热干涉气体检测的基本原理, 从光纤光热相位调制的产生、动态过程、探测方法以及响应时间等方面出发, 综述本课题组在光纤光热干涉气体检测方面的最新工作进展. 光纤光热干涉技术具有灵敏度高、动态范围大、测量不受散射及其他损耗影响等优势, 能够实现小型化、多点复用、组网及远程监测, 在环境、医疗、安防等领域具有重要的应用.

关键词: 光热光谱法, 空芯光子带隙光纤, 气体传感器, 干涉仪, 光纤传感器

PACS: 42.81.-i, 78.20.nb, 07.07.Df, 07.60.Ly

DOI: 10.7498/aps.66.074212

1 引言

痕量气体检测在环境保护、安防、医疗等众多领域有重要的应用. 传统的气体检测技术通常是基于非光学的检测, 包括半导体、电化学传感器等^[1,2], 容易与其他气体成分产生交叉敏感或受敏感膜表面污染等不利因素的影响. 激光光谱吸收法以比尔-朗伯(Beer-Lambert)定律为依据, 通过测量不同物质吸收谱线的位置和强度, 可以同时确定物质的种类和浓度. 基于光谱吸收的气体传感器具有灵敏度高、选择性强、响应速度快等特点^[3-5].

光纤气体传感器可实现远距离测量, 特别适合于有毒、有害、易燃、易爆、强电磁干扰等恶劣环境下应用. 光纤气体传感器一般由一对光纤准直器组成的开放路径气室来实现, 通过更换光源对准相应的吸收谱线, 可以用同一气室对不同种类的气体进行检测. 然而, 由于气体分子在光纤的低损耗传输窗口(约0.5~1.8 μm)吸收较弱, 因此探测灵敏度有限. 通过增加吸收路径长度可提高检测灵敏度, 但由于开放路径气室体积和损耗等的限制, 其长度不能太长. 我们曾经报道了基于光子晶体光纤的倏

逝场吸收型气体传感器^[6-8], 不仅可以实现光和气体的长距离相互作用, 而且可将光纤盘绕, 实现较小的传感器件. 然而光子晶体光纤中的空气孔中倏逝场能量所占比例较小, 其灵敏度存在一定的局限性.

空芯光子带隙光纤(HC-PBF)是一种新型的光波导, 在一定波长范围(光子带隙)内能够将95%以上的光场能量限制在空气芯中传输^[9]. 常见的一种商用HC-PBF为NKT的HC-1550-02光纤, 在其传输窗口(1500—1700 nm)的传输损耗约为20 dB/km. 该窗口覆盖CO, CO₂, NH₃, H₂S, C₂H₂, CH₄等多种气体的吸收带. HC-PBF可以同时作为光波导和吸收气室, 在空芯区可实现强的长距离的光和气体的相互作用. 而且HC-PBF在弯曲半径很小时损耗也不增加, 因此可以通过将长光纤缠绕来实现较长的光程, 且不会增加传感头的体积. HC-PBF可以直接和普通单模光纤熔接^[10], 形成全光纤式气体传感器. 自从2004年, Hoo等^[11]首次实验演示了基于HC-PBF的光谱吸收型气体传感器以来, 研究人员在HC-PBF气体检测方面开展了大量的研究工作^[12-15]. 然而由于受到多路径

* 国家自然科学基金(批准号: 61535004, 61290313)资助的课题.

† 通信作者. E-mail: eewjin@polyu.edu.hk

相干等噪声的影响,其浓度探测下限仅为 ppm(百万分之一)量级^[16,17].

光热光谱法是一种测量光学吸收和样品热特性的高灵敏度激光光谱分析方法.相对于直接吸收法,光热光谱法并不直接测量透射光谱的变化,而是测量气体光吸收所引起的热效应.光热信号能够直接反映气体吸收的情况,具有与光谱吸收型传感器相同的良好气体选择性.由于光路中的散射、反射等损耗不会产生光热信号,因此光热探测方法更能准确测量气体吸收的情况^[18].其中基于相位检测的光热干涉法可以通过提高激光功率以及气体与光的有效作用长度来提高测量灵敏度,是一种有潜力的痕量气体检测方法.

最近,本研究小组研究了 HC-PBF 中的光热相位调制效应,演示了一种基于光热干涉技术的新型高灵敏全光纤痕量气体检测方法^[19].该方法基于纤芯中气体吸收产生的光热效应对传输光的相位调制,结合先进的光纤干涉仪解调技术,克服了传统光谱吸收型光纤气体传感器的主要性能限制因素,实现了 ppb 量级的气体探测.

2 光纤光热干涉法基本原理

2.1 光热效应

1) 光热光谱法的基本物理过程如图 1 所示.当待测气体与特征波长光束发生相互作用时,部分光能量被气体分子吸收,分子从低能级态跃迁至激发态,受激态分子以非辐射弛豫方式释放出所吸收的能量,并将其全部或部分转换为热能,导致介质温度的变化^[18].局域温度变化还引起气体的密度和压力变化,最后引起折射率的变化.折射率变化与激励光功率密度(I)、气体分子浓度(C)及吸收系数 $\alpha(\lambda)$ 的关系由下式给出:

$$\Delta n \propto \alpha(\lambda) \cdot C \cdot I, \quad (1)$$



图 1 光热光谱法的基本原理^[18]

Fig. 1. Principle of photothermal (PT) spectroscopy.

2) 光热干涉法的基本原理

常用的光热检测技术法包括光热透镜^[20]、光热偏转^[21]、光热折射^[22]和光热干涉等^[23,24].光热干涉测量技术是一种将光热效应与光学干涉测量技术结合在一起的方法,通常采用“抽运-探测”结

构,将一束强度或波长调制的抽运光和一束探测光沿着相同的路径传输,由于气体分子对抽运光(也称激励光)的吸收而引起局部折射率变化,从而导致对探测光束的相位调制,如图 2 所示.

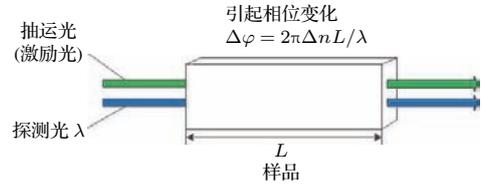


图 2 光热相位调制的基本概念

Fig. 2. Basics of PT phase modulation.

假定抽运光功率为 P_{pump} , 模场半径为 ω , 作用长度为 L , 由 (1) 式和图 2 得到其相位变化大小为^[25]:

$$\Delta\varphi \propto \frac{P_{\text{pump}}}{\pi\omega^2} L\alpha(\lambda)C. \quad (2)$$

2.2 HC-PBF 中的光热相位调制

HC-PBF 中的光热相位调制过程如图 3 所示.沿 HC-PBF 传输的抽运光被空芯中的气体分子吸收后,气体局部温度、密度和压强受到影响,改变了空芯中气体折射率的分布,也会导致光纤横向尺寸和长度变化^[19,26,27].当一束探测光在同一段 HC-PBF 中传输时,光纤内探测光所积累的相位将被调制,其相位变化大小也由 (2) 式表达.

然而,相比于自由空间的光热干涉系统,使用 HC-PBF 具有明显的优点.首先,抽运光、探测光和样品可以在空芯中完美重叠,能够实现很高的激发和探测效率.商用 HC-PBF 的基模模场直径小至 5—10 μm ^[28-30],比典型的自由空间光束直径(约 1 mm)小 2 个数量级^[23,24,31,32].这意味着对于相同的功率,HC-PBF 中的抽运光功率密度更高,可以超过自由光束功率密度的 4 个数量级,大大增强了热量的产生效率.换句话说,为了达到相同的抽运功率密度,可以使用更低的抽运激光功率,从而降低了传感系统的成本.其次,HC-PBF 的基模可以被很好地限制在空芯中,在几米以至于几百米的传输中具有很低的损耗,吸收长度可比自由空间系统长 10 到 10^4 倍.因此,采用 HC-PBF 小的光斑尺寸和长的吸收长度可以使光热相位调制的整体效率大大增加,从而可实现高效率的光热光纤器件或传感器.

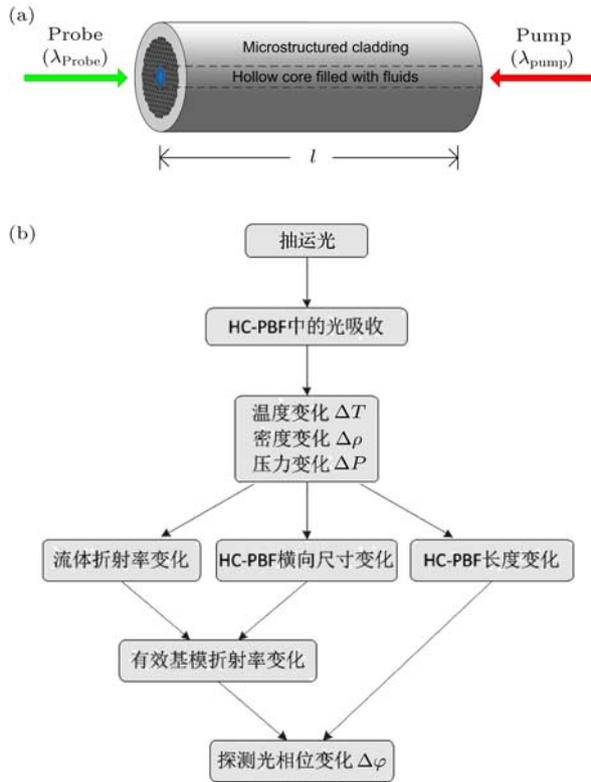


图3 HC-PBF中光热效应引起的相位调制原理图 (a) 调制的抽运光和探测光在充满流体(气体)的HC-PBF中反向传输; (b) HC-PBF中产生相位调制的过程示意图^[19]

Fig. 3. PT phase modulation in a HC-PBF. (a) Modulated pump beam (λ_{pump}) and constant probe beam (λ_{probe}) are counter-propagating in a fluid-filled HC-PBF; (b) processes involved in producing phase modulation in a HC-PBF^[19].

3 空芯光纤光热干涉气体传感系统

为了实现高性能的光热干涉气体检测,既要产生大的光热相位调制,又要准确地进行相位解调.相位调制可用抽运光波长或强度调制的方法来实现,可以是正弦或其他波形调制的连续光,也可以是脉冲光.光热相位调制的效率与调制方式以及调制参数有关;同时,光热相位调制可应用不同的干涉仪结构进行解调.

下面介绍本组在光热相位调制的产生及解调方面的一些实验和理论研究成果.

3.1 正弦调制的连续激光抽运光热传感器

1) 基于Mach-Zehnder干涉仪相位解调方案

首次关于光纤光热干涉气体检测的报道是利用双光束Mach-Zehnder干涉仪(MZI)来实现^[19],其实验装置如图4所示.分布反馈式半导体激光器(DFB)作为抽运光并且以50 kHz的频率对其波长进行调制,它的中心波长扫过乙炔气体(C_2H_2)在1530.371 nm处的P(9)吸收线.在相对气体浓度为100%时,该吸收线的峰值吸收系数为 $\alpha = 1.165 \text{ cm}^{-1}$.外腔激光器(ECDL)作为MZI的探测光源,其波长远离乙炔的吸收峰.MZI的输出(探测器PD2)通过锁相放大器进行解调,其输出波

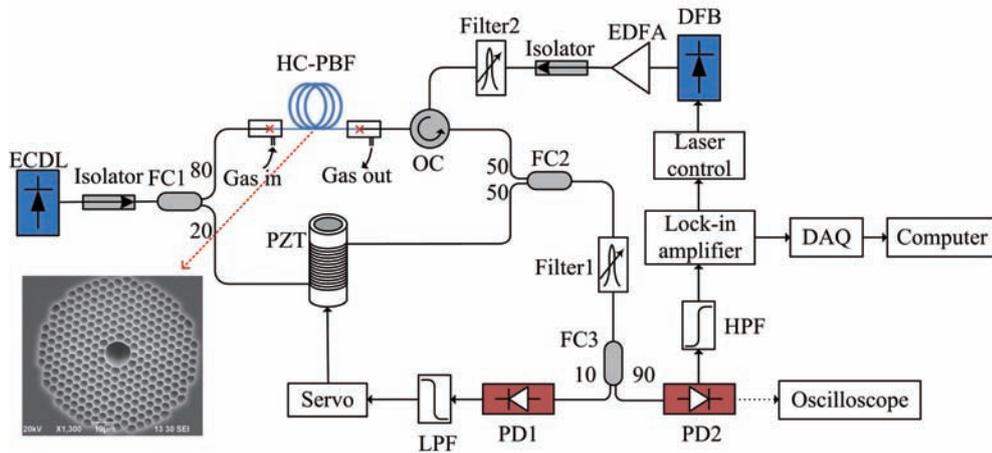


图4 HC-PBF光热气体探测实验装置示意图,其中插图为HC-1550-02光纤的截面SEM图. DFB, 分布反馈激光器, 用作抽运光源; ECDL, 外腔激光器, 用作探测光源; Filter 1, 滤波器, 用于滤除未被吸收的抽运光; Filter 2, 滤波器, 用于减小EDFA的自发辐射噪声; PD1-PD2, 光电探测器; OC, 光环行器; FC1-FC3, 光纤耦合器; EDFA: 掺铒光纤放大器; PZT: 压电陶瓷相位补偿器^[19]

Fig. 4. Experimental set-up for gas detection with HC-PBF, and the inset is the SEM image of the HC-1550-02 fiber. DFB, distributed feedback laser (the pump); ECDL, external-cavity diode laser (the probe); Filter 1 is used to filter out the residual pump and Filter 2 to minimize the effect of EDFA's ASE noise. Output from PD1 passes a low-pass-filter (LPF) and is used for interferometer stabilization. Output from PD2 contains the PT-induced phase modulation signal. DAQ, data acquisition; EDFA, erbium-doped fibre amplifier; FC1-FC3, fibre couplers; OC, optical circulator; PD1-PD2, photo-detectors; PZT, piezoelectric transducer^[19].

形也可以通过示波器进行观测. 我们采用二次谐波解调, 其幅值的大小正比于待测气体的浓度.

MZI的一个臂为传感用的HC-PBF, 其横截面如图4的插图所示, 纤芯直径为11 μm; 另一个臂为参考臂, 包括一个压电陶瓷(PZT)缠绕多圈标准单模光纤(SMF)制成的相位补偿器. 为了实现最大相位检测灵敏度, MZI需要工作在如图5所示的正交点(即Q点)附近, 在其他工作点(如B点)会导致解调信号产生畸变和强度降低. 然而由于MZI对于外界环境的扰动十分敏感, 因此需要利用相位补偿器及反馈控制的方法把MZI锁定在Q点处[33], 此时相位变化与输出光强度成线性关系并且转换效率最高.

利用图4所示的装置, 我们对气体的测量下限进行了评估. 传感用HC-PBF的长度为10 m, 光纤两端分别与标准单模光纤尾纤进行连接, 在靠近空芯光纤/单模光纤两个熔接点处分别用飞秒激光制作微通道, 使得气体可以注入到HC-PBF的纤芯中. 图6(a)是不同抽运光功率下抽运光波长扫过乙炔气体的P(9)吸收线时锁相放大器的二次谐波(信号)输出曲线. 实验所用乙炔气体的浓度为10 ppm. 图6(b)所示为抽运光波长远离吸收峰并固定在1530.53 nm时的二次谐波(噪声)输出情况. 由于背景吸收, 开启抽运光时始终存在一个恒定偏差. 当抽运功率为15.3 mW时, 通过对比信号与噪声, 可以计算得到噪声等效气体浓度(NEC)为2 ppb (1σ), 对应的等效噪声吸收系数(NEA)为2.3 × 10⁻⁹ cm⁻¹.

应用和图4相似的实验装置, 我们对HC-PBF光热气体传感器的动态范围进行了评估. 用一段长

度为0.62 m的HC-1550-02光纤作为传感光纤, 其两端分别与单模光纤尾纤熔接, 利用飞秒激光在其侧面制备了15个微通道直达纤芯, 这样可以使不同浓度的气体较快地充入光纤的纤芯[19]. 图7为不同乙炔气体浓度下(50 ppm-6%)的二次谐波锁相输出信号, 当乙炔浓度小于1.6%时, 其输出和浓度近似成线性关系, 而当超过了这个数值, 非线性变的较为严重. 1σ NEC的探测极限为30 ppb (NEA为3.5 × 10⁻⁸ cm⁻¹), 线性动态范围约为6个数量级(5.3 × 10⁵). 比传统的吸收型光纤气体传感器的探测下限和动态范围均高出约3个数量级[19,34].

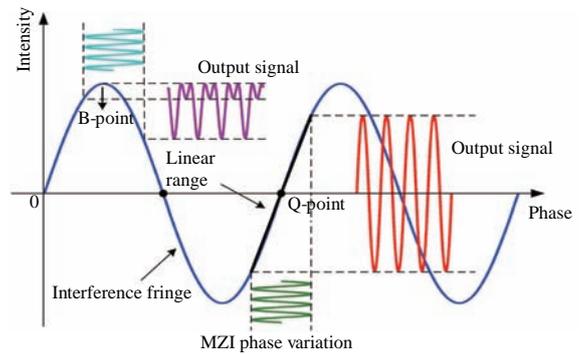


图5 MZI输出光强和相位差之间的关系及在不同工作点处对相位调制的响应[25]
Fig. 5. Illustration of phase to intensity conversion in a MZI at different operating points [25].

2) 基于Fabry-Perot及光纤模间干涉的相位解调方案

光热相位解调还可用Fabry-Perot干涉仪(FPI)来实现[35], 如图8所示. 两个单模光纤与HC-PBF连接处的端面可以构成一个低明锐度的光

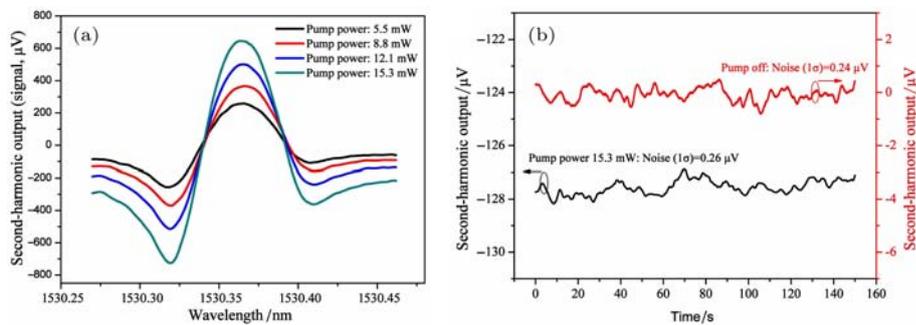


图6 光热干涉气体检测实验结果 (a) 当抽运光扫过乙炔P(9)吸收线(1530.371 nm)时的二次谐波锁相输出信号; (b) 抽运光开/关情况下二次谐波的输出, 上曲线表示的是抽运光关闭时的信号, 下曲线为15.3 mW抽运光固定在远离吸收波长时的信号(1530.53 nm). 乙炔气体浓度为10 ppm(氮气为平衡气体), 探测带宽为0.094 Hz[19]
Fig. 6. Experimental results of PT interferometry gas sensor with HC-PBF: (a) Second harmonic lock-in output (signal) when pump laser is tuned across the P(9) line of acetylene at 1530.371 nm; (b) second harmonic lock-in output (noise) when the pump wavelength is fixed to 1530.53 nm [19].

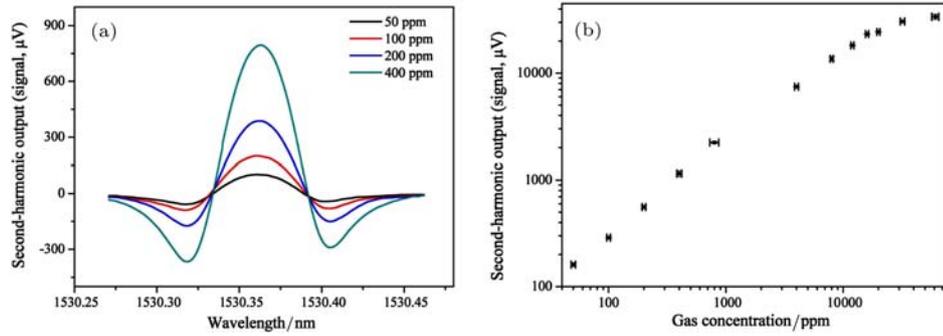


图7 (a) 当抽运光扫过乙炔的P(9)吸收线(1530.371 nm)时,不同气体浓度(50, 100, 200, 400 ppm)对应的二次谐波锁相输出信号曲线。(b) 二次谐波信号(峰-峰值)随气体浓度的变化曲线^[19]

Fig. 7. (a) Second harmonic signal for different gas concentration (50, 100, 200, 400 ppm); (b) second harmonic signal (peak-to-peak value) as function of gas concentration^[19].

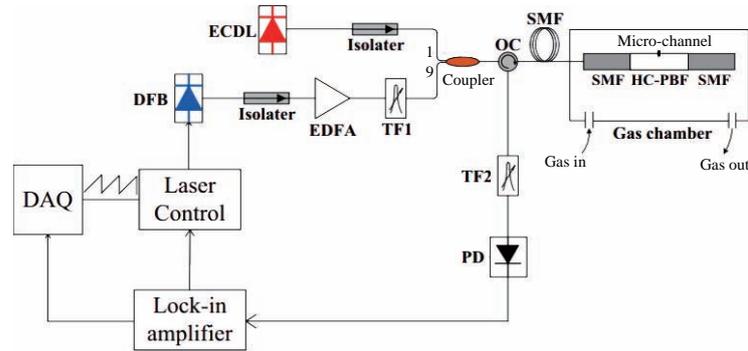


图8 基于FPI的光热气体探测系统结构示意图 TF1,可调滤波器,滤除EDFA的放大自发辐射噪声;TF2,滤除未吸收的抽运光;EDFA,掺铒光纤放大器;OC,光环行器;TF1和TF2为可调滤波器;PD,光电探测器;ECDL,可调激光光源^[35]

Fig. 8. Experimental setup for PT gas detection based on FPI. TF1 is used to minimize the EDFA's amplified spontaneous emission noise and TF2 to remove the pump light. EDFA, erbium-doped fiber amplifier; TF, tunable filter; OC, optical circulator; PD, photo-detector; DAQ, data acquisition; ECDL, tunable laser source^[35].

纤FPI. 当一束调制的抽运光被气体分子吸收后,经两个单模光纤端面反射的探测光的相位差被调制,其调制的幅值与气体的浓度成正比. 通过选择合适的探测波长,可使干涉仪工作在正交Q点上(参考图5),实现相位的线性解调. 利用分布反馈式半导体激光器(DFB)作为抽运光,用乙炔气体作为测试气体对系统的探测下限进行了测量. FPI由2 cm的HC-PBF和单模光纤熔接而成,在HC-PBF侧面用飞秒激光打孔直至纤芯,用于加载气体. 当抽运光功率为109 mW时,探测极限约为440 ppb. 当抽运光对准乙炔在1530.371 nm处的P(9)吸收线时,我们测试了气体加载过程中传感系统的时间响应,如图9所示. 对于信号变化0—90%,上升时间约为19 s. 与MZI相比^[19],光纤FPI传感器具有简单结构、尺寸小、响应速度快等优点,同时对外界环境也不敏感,所需的气体样品也更少,因此更加适合实际场合的应用.

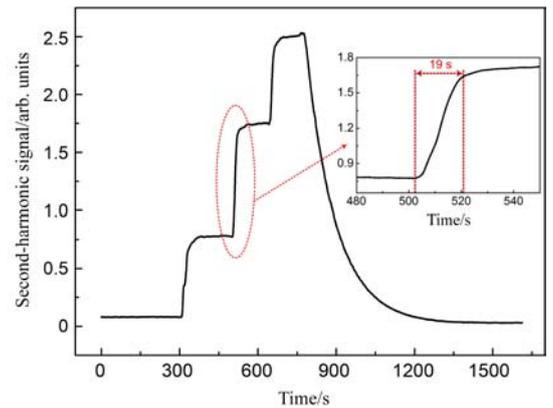


图9 充气过程中二次谐波输出信号的变化情况^[35]

Fig. 9. Second-harmonic signal as a function of gas loading when the pump wavelength was tuned to the absorption peak at 1530.371 nm^[35].

现有的HC-PBF并不是单模光纤,可支持多个传输模式,因此可用模式干涉来实现相位解调,进行光热气体探测^[36]. 具体原理如下:空芯中气体分

子吸收抽运光能量后会同时对基模和高阶模(包层模)产生相位调制. 由于包层模模场与空芯中气体折射率变化的重叠程度相对基模而言要小很多, 这将导致基模与包层模之间存在一定的相位差, 且与气体浓度成正比. 应用光纤模间干涉相位解调, 以分布反馈式半导体激光器(DFB)作为抽运光, 将其中心波长扫过乙炔气体(C₂H₂)在1530.371 nm处的P(9)吸收线, 用长度为0.3 m的HC-PBF作为传感光纤, 当抽运光功率为14.9 mW, 得到的1 σ NEC探测极限约为1 ppm^[25].

3) 基于Sagnac干涉仪的相位解调方案

前述基于MZI, FPI和模式干涉仪的相位解调系统, 需要通过PZT反馈或调节探测光源波长的方法, 使干涉仪工作在较为灵敏的线性区域, 如上图5中的Q点. 众所周知, 光纤中模式的相位会随环境发生变化, 引起工作点的漂移, 因此连续调节或反馈控制不可避免. 此外, 当每次更换传感光纤, HC-PBF的长度不可能一致, 因此整个系统需要重新进行校准. 下面介绍我们采用的Sagnac干涉仪的全光纤且内在稳定的光热干涉相位解调系统. 此系统不需要反馈控制或光源调节, 可自动获得相位调制的线性解调, 且对传感HC-PBF的长度不敏感, 可作为一个通用的光热相位解调系统.

光纤Sagnac干涉仪也是一种双两束干涉仪, 但两束光在同一根光纤中相向传输, 两束光的相位同时受到外界的影响, 而其相位差基本不随环境的变化而变化, 也就是说干涉仪的工作点可保持稳

定. 但一般的Sagnac干涉仪的工作点在相位差零点附近, 由于干涉仪输出和相位差之间的余弦关系, 这一工作点对相位变化并不敏感^[37]. 解决的方法之一是在光纤环中引入移频器, 使两束相向传输的光之间在干涉仪输出处具有 $\pi/2$ 的相位差, 从而使干涉仪工作在正交工作点上^[38]. 我们采用的是如图10所示的3 \times 3耦合器的方法^[39]. 3 \times 3耦合器的任意两个输出端之间相位差恒定为 $2\pi/3$, 利用平衡探测的方法可以实现输出信号与光热相位调制之间的线性关系. 另外, 平衡探测的方式还可以减小激光强度噪声的影响. 为减小相干散射和反射噪音, 我们采用中心波长在1550 nm的宽谱光源(BS)作为系统的探测光, 分布反馈激光器(DFB)作为抽运光源. 由于时延单模光纤(SMF)的存在, 周期性的光热相位调制使顺时针(CW)和逆时针(CCW)的探测光产生相位差. 当光热相位调制的频率符合Sagnac环的最佳工作频率 $f_m = 1/(2\Delta\tau)$ 时, 两束相向传输光之间的相位差变化可以实现最大化, 这里, $\Delta\tau$ 是单模光纤引起的时延. 我们所用的单模光纤长度为2 km, 时延是10 μ s, 对应最佳工作频率为50 kHz. 所用的传感光纤为前述长度为0.62 m的HC-PBF样品.

利用图10所示的系统, 用乙炔气体作为测试气体对系统的探测下限进行了测量. 当抽运光功率为20.2 mW时, 相应的探测极限达356 ppb^[39], 和MZI检测方法的结果接近. Sagnac系统的优势在于工作点稳定, 即不需要反馈控制去稳定工作点.

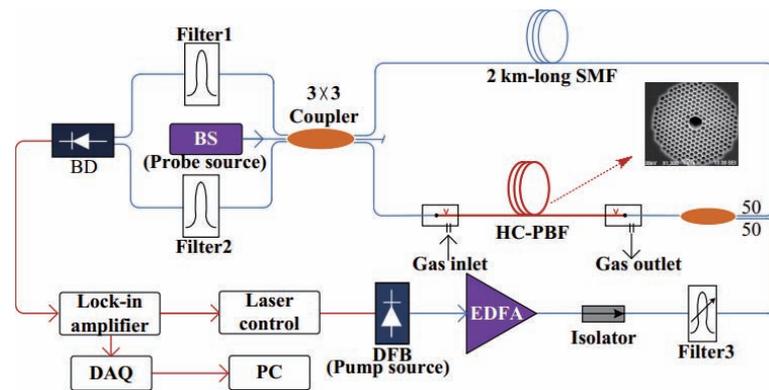


图10 基于3 \times 3耦合器的Sagnac干涉仪气体探测系统结构示意图. Filter 3, 可调滤波器, 用于滤除EDFA产生的自发辐射噪音; Filter 1,2, 固定波长滤波器, 用于滤除未被吸收的抽运光; DFB, 分布反馈激光器, 用作抽运光源; BS, 宽谱光源, 用作探测光; BD, 平衡探测器^[39]

Fig. 10. Experimental set-up for HC-PBF PT gas detection with a 3 \times 3 Sagnac interferometer. Tunable filter 3 minimizes the noise in the EDFA output. Two fixed wavelength broader-band filters (filter 1 and filter 2) are used to filter out the residual pump power. The broadband source (BS) is used as the probe source. DFB is used as the pump source.

图 11 为对 7500 ppm 的乙炔气体探测约 6 h 的二次谐波输出情况, 其波动小于 0.87 dB, 表明该系统具有良好的稳定性.

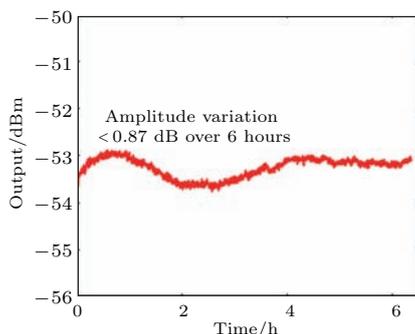


图 11 Sagnac 相位解调系统的二次谐波输出随时间的变化情况, 气体浓度为 7500 ppm [39]

Fig. 11. Measured second harmonic signal over 6 h.

3.2 脉冲激光抽运光热传感器

除了采用波长/强度调制的连续光作为抽运光源外, 还可以采用脉冲激光来产生光热相位调制信号. 由于现有的高功率激光器多数工作于脉冲模式下, 利用高功率脉冲激光作为抽运光可能产生更大的相位调制, 另外应用脉冲抽运还方便在时域观测和研究相位调制的动态过程. 我们对基于脉冲抽运光的光热光谱技术进行了研究, 并从理论模型和实验方面探讨了 HC-PBF 中光热效应的动态过程以及最佳抽运光参数的选择 [40].

1) 实验研究

从原理上讲, 上节中所述的几种干涉仪结构都可用于脉冲相位调制的检测. 我们这里选用了不需要反馈控制的 3×3 Sagnac 系统作为脉冲抽运光的光热相位调制气体检测系统 [40], 其结构与图 10 类似. 不同的是: 用外腔激光器 (ECDL) 作为抽运光源, 将其波长对准乙炔气体在 1530.371 nm 处的 P(9) 吸收线. 抽运光经过掺铒光纤放大器 (EDFA) 放大并经声光调制器进行强度调制后入射到 HC-PBF 样品中, 其峰值功率固定为 20.2 mW. 平衡探测器 (BD) 的输出波形通过示波器进行观测. 采用 7500 ppm 的乙炔气体, 并以氮气作为平衡气体.

实验得到的平衡探测器输出波形如图 12 所示. 在抽运光脉冲宽度小于 $1.2 \mu\text{s}$ 时, 光热相位调制随着光脉冲宽度的增加而增加; 而当光脉冲宽度大于 $1.2 \mu\text{s}$ 时, 相位调制将不再随着光脉冲宽度的变化而变化. 实验测得的峰值相位调制大小为 0.047 rad ($2 \mu\text{s}$ 抽运光脉冲宽度), 对应于光热相位

调制系数约为 $1.23 \times 10^{-6} \text{ rad} \cdot \text{ppm}^{-1} \cdot \text{mW}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ 或 $1.06 \text{ rad} \cdot \text{cm} \cdot \text{mW}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$.

我们也对气体的测量下限进行了实验评估. 实验中为了提高信噪比, 我们采用了 Boxcar 平均器, 在平均次数为 10000 次时, 信噪比约为 2272, 探测下限约 3.3 ppm. 需要说明的是, 这里的脉冲峰值功率仅约为 20.2 mW, 现在的脉冲激光器峰值功率可以很高 (几十到几千瓦), 因此实现 ppb 量级的检测是可行的.

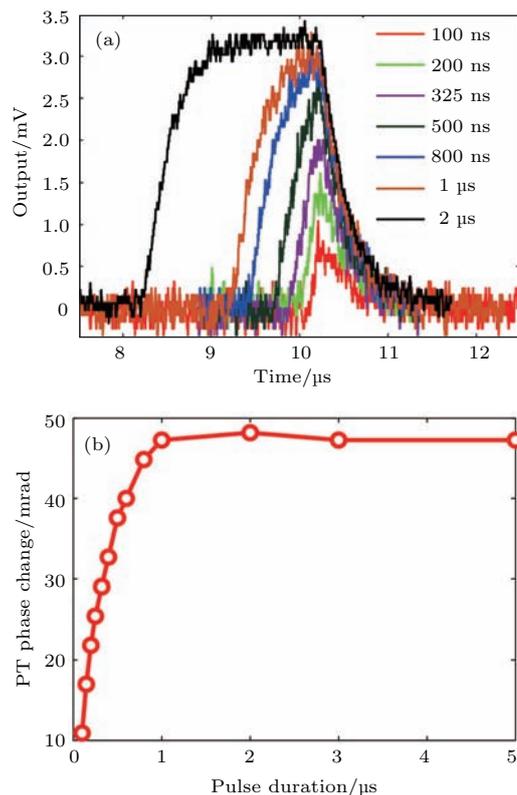


图 12 基于 Sagnac 相位解调的脉冲调制光热光谱实验结果 (a) 在不同抽运脉冲宽度下的平衡探测器输出结果; (b) 峰值相位变化与脉冲宽度的关系 [40]

Fig. 12. Experimental results: (a) Output from balanced detector (BD) for different pulse durations of the pump; (b) the peak phase change as function of pump pulse duration for a constant peak pump power [40].

2) 理论研究

为了理解相位调制的动态过程, 我们对其进行了理论研究. 为简化模型, 我们使用和 HC-PBF 芯径一样大小的空芯管来近似 HC-PBF, 通过数值方法求解热传导方程, 从而获得 HC-PBF 中的温度分布, 进一步可获得光热引起的相位调制. 模型中的热传导方程可以表述为如下形式 [40]:

$$\rho C_p \frac{\partial T(r, t)}{\partial t} + \rho C_p \mathbf{u} \cdot \nabla T(r, t) = \nabla \cdot (\kappa \nabla T(r, t)) + Q(r, t), \quad (3)$$

我们假定 N₂ 为平衡气体, 内仅含微量的乙炔气体. 因此这里 ρ , C_p , κ 分别代表 N₂ 气体密度 (1.165 kg/m³)、比热容 (1040 J/(kg·K)) 和热传导系数 (0.0256 W/(mK)); \mathbf{u} 是气体的速度场分布, $Q(r, t)$ 是气体吸收而产生的热源.

图 13 为一些理论仿真的结果, 其中假定气体是 100 ppm 的乙炔气体, 抽运光脉冲峰值功率为 25 mW, 其波长对准乙炔气体在 1530.371 nm 处的 P(9) 吸收线. 图 13(a) 是 HC-PBF 在 2 μ s 光脉冲激励下的光热引起的温度分布随时间的变化过程. 可以看出, 最大的温度变化出现在中心位置, 且数值上不超过 2 mK. 图 13(b) 为 HC-PBF 中心孔内热流的扩散方向. 可以看出, 温度场分布和抽运光一样, 都是高斯型分布, 并从中心向外扩散至热平衡状态. 图 13(c) 给出了对于不同抽运光脉冲宽度 (40 ns 到 4 μ s) 下, 理论计算得到的相位调制的

动态过程. 同时, 我们也给出了在相同抽运光峰值功率的条件下, 峰值相位变化与抽运光脉冲宽度的关系图, 如图 13(d) 所示. 可以看出, 当抽运光脉冲宽度小于 200 ns 时, 峰值相位变化与抽运光线性正相关. 而当脉冲宽度大于 1.2 μ s 时, 进一步增加脉冲宽度对峰值相位变化将不会有太明显的影响. 这些结果和图 12 所示的实验结果一致. 我们认为在峰值功率固定的前提下达到最大相位调制的抽运光的最小脉冲宽度应该为 $\sim 1.2 \mu$ s. 这个数值非常接近于我们计算的在 HC-PBF 中从中心到边界的热传导时间 ($\sim 1.1 \mu$ s), 因此我们认为热传导起了主导作用. 理论计算的光热相位调制系数为 $1.767 \times 10^{-6} \text{ rad}\cdot\text{ppm}^{-1}\cdot\text{mW}^{-1}\cdot\text{m}^{-1}$ 或 $1.517 \text{ rad}\cdot\text{cm}\cdot\text{mW}^{-1}\cdot\text{m}^{-1}$, 和实验结果基本一致.

此部分工作, 从理论建模和实验验证两方面研究了 HC-PBF 中光热效应的动态过程, 确定了脉冲抽运光的最佳脉冲参数, 并给出了光热相位调制系数, 对今后进一步优化基于 HC-PBF 光热传感系统的性能具有指导意义.

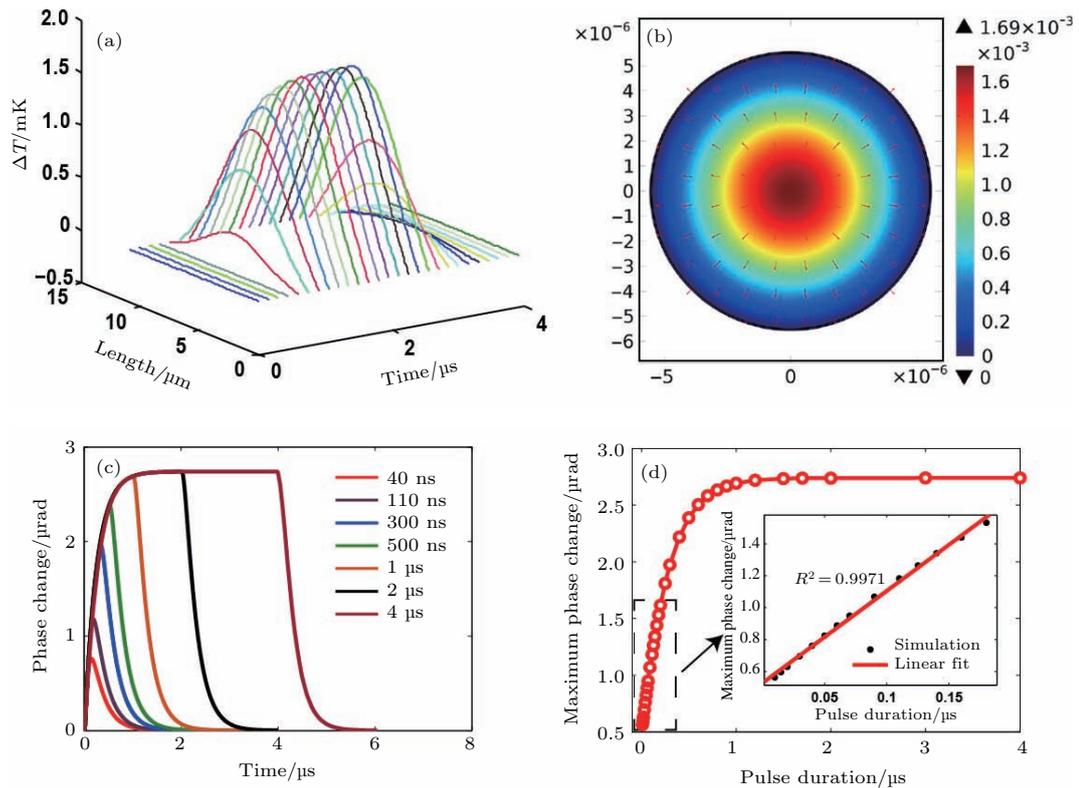


图 13 (a) HC-PBF 中温度分布随时间的变化过程; (b) 二维温度场分布; (c) 光热引起的相位变化动态过程与抽运光脉冲宽度之间的关系; (d) 峰值相位变化与脉冲宽度的关系 [40]

Fig. 13. (a) Time evolution of temperature distribution $\Delta T(r, t)$; (b) 2D plot of $\Delta T(r, t)$ at the time of 1.5 μ s after the pump pulse is turned on, with arrows indicating the direction of heat flow. The unit of temperature in the plot is Kelvin; (c) computed PT phase modulation in a HC-PBF for different pulse durations; (d) maximum phase change as function of pulse duration of the pump.

4 HC-PBF 传感器的响应速度

根据 HC-PBF 中光热效应引起的相位调制原理, 即表达式 (2), 气室的有效作用光程是决定系统检测灵敏度的关键参数之一. 通过增加 HC-PBF 的长度可增大气体吸收光程, 从而提高系统的灵敏度. 但增加 HC-PBF 的长度会使气体的填充变的困难. 如果气体从 HC-PBF 的两端扩散进入纤芯, 对于 1 m 长的 HC-PBF, 扩散时间大约需要 3 个多小时, 严重影响传感器的响应速度, 这远远不能满足实际应用的需要.

我们组实验上研究了飞秒激光微加工的方法, 沿着 HC-PBF 的侧面制作微通道将气体快速扩散到光纤的纤芯, 如图 14 所示. 我们在不同长度的

HC-PBF 上制备了微通道, 分析了微通道对传输损耗和模式干涉的影响^[15]. 图 15 为用飞秒激光在长度为 2.3 m 的 HC-PBF 侧面制备不同数目微通道时所对应的透射谱^[25], 对于制备了 80 个微通道的 HC-PBF 来说, 在波长为 1525.5—1535 nm 之间其平均损耗约为 0.78 dB, 因此每个微通道平均损耗约为 0.01 dB.

我们对制备有 232 个微通道、长度为 2.3 m 的 HC-PBF 样品的响应时间进行了研究. 实验中将分布反馈激光器波长调到乙炔气体在 1530.371 nm 处的 P(9) 吸收线中心, 通过直接测量吸收导致的输出功率变化, 测试了浓度为 0.5% 的乙炔气体 (氮气为平衡气体) 在充、放气时的响应, 其响应时间小于 40 s^[25], 远远小于未制作通道的 HC-PBF 的响应时间.

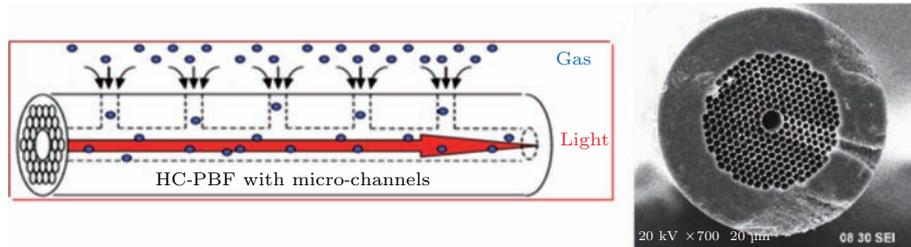


图 14 侧面制作有微通道的 HC-PBF 的结构示意图^[19]

Fig. 14. Schematic of a HC-PBF with multiple micro-channels.

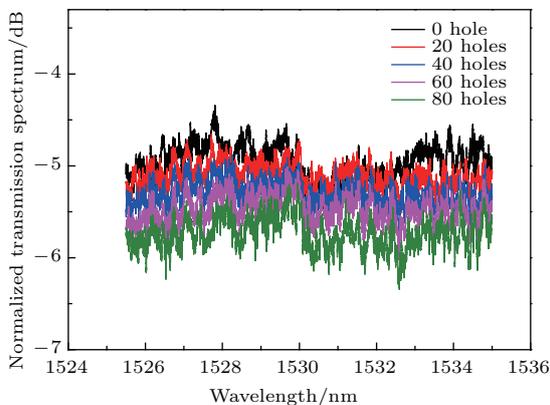


图 15 长度为 2.3 m、侧面有不同数量微通道的 HC-PBF 的透射谱^[28]

Fig. 15. Normalized transmission spectrums of a 2.3 m long HC-PBGF with multiple drilled micro-channels.

5 结论与展望

我们提出并建立了基于 HC-PBF 光热相位调制的新型全光纤干涉传感技术, 实现了高精度、低成本、快速的气体检测, 克服了传统吸收型光纤气体传感系统的主要限制因素, 实现了 ppb 量级的气

体 (乙炔) 探测灵敏度和近 6 个数量级的动态范围. 我们研究了波长 (强度) 调制的连续抽运激光和脉冲抽运激光激励下的光热相位调制的产生方案以及应用不同光纤干涉仪结构的相位检测方案, 并对不同方案在检测下限、稳定性、复杂性等方面进行了对比. 这种全光纤传感器克服了传统光热干涉系统中光与物质相互作用弱、体积大且需要精密对准、难以实现光子集成等弱点, 充分利用了通讯波段光器件的价格低廉、技术成熟、资源丰富等优势.

光纤光热光谱技术可以用于探测多种气体. 本研究中所使用的 HC-1550-02 光纤的传输窗口覆盖多种气体如 CO_2 , CO , CH_4 , N_2O , H_2S , NH_3 , HI , C_4H_6 等气体的吸收线, 因此可以采用光热光谱技术对这些气体进行检测. NKT Photonics 公司还有各种传输窗口从 400 nm 到 2 μm 的 HC-PBF, 可以实现对不同种类气体的测量. 基于光纤的光热光谱气体测量方法, 除了能实现单点气体测量之外, 还可以用于分布式气体测量. 该方法对于具有光谱吸收的液体和气体检测具有普适性^[41,42], 可广泛应用于环境、医学及生物化学等重要领域的痕量物质

检测.

参考文献

- [1] Williams D E, Moseley P T, Tofield B C, Eds. 1987 *Bristol in Solid State Gas Sensors* (Bristol: Adam Hilger) p71
- [2] Bakker E 2004 *Anal. Chem.* **76** 3285
- [3] Werle P, Slemr F, Maurer K, Kormann R, Mücke R, Jänker B 2002 *Opt. Laser Eng.* **37** 101
- [4] Willer U, Saraji M, Khorsandi A, Geiser P, Schade W 2006 *Opt. Laser Eng.* **44** 699
- [5] Hodgkinson J, Tatam R P 2013 *Meas. Sci. Technol.* **24** 012004
- [6] Hoo Y L, Jin W, Ho H L, Wang D N, Windeler R S 2002 *Opt. Eng.* **41** 8
- [7] Hoo Y L, Jin W, Shi C, Ho H L, Wang D N, Ruan S C 2003 *Appl. Opt.* **42** 3509
- [8] Ho H L, Hoo Y L, Jin W, Ju J, Wang D N, Windeler R S 2007 *Sensor. Actuat. B Chem.* **122** 289
- [9] Russell P S J 2006 *IEEE J. Lightwave Technol.* **24** 4729
- [10] Xiao L M, Demokan M S, Jin W, Wang Y P, Zhao C L 2007 *IEEE J. Lightwave Technol.* **25** 3563
- [11] Hoo Y L, Jin W, Ho H L, Ju J, Wang D N 2005 *Sensor. Actuat. B Chem.* Available online 21 July 2004, 105 183
- [12] Lehmann H, Bartelt H, Willsch R, Amezcua-Correa R, Knight J C 2011 *IEEE Sens. J.* **11** 2926
- [13] Li X F, Liang J X, Li S, Zhang Y P, Ueda T 2012 *IEEE Sens. J.* **12** 2362
- [14] Magalhaes F, Carvalho J P, Ferreira L A, Araujo F M, Santos J L 2008 *IEEE Sensors* **12** 77
- [15] Hoo Y L, Liu S J, Ho H L, Jin W 2010 *IEEE Photon. Technol. Lett.* **22** 296
- [16] Yang F, Jin W, Cao Y C, Ho H L, Wang Y P 2014 *Opt. Express* **22** 24894
- [17] Cubillas A M, Silva-Lopez M, Lazaro J M, Conde O M, Petrovich M N, Lopez-Higuera J M 2007 *Opt. Express* **15** 17570
- [18] Bialkowski S E 1996 *Photothermal Spectroscopy Methods for Chemical Analysis* (New York: Wiley)
- [19] Jin W, Cao Y C, Yang F, Ho H L 2015 *Nat. Commun.* **6** 6767
- [20] Liu M Q, Franko M, Crit 2014 *Rev. Anal. Chem.* **44** 328
- [21] Fournier D, Boccara A C, Amer N M, Gerlach R 1980 *Appl. Phys. Lett.* **37** 519
- [22] Bialkowski S E, Chartier A 1997 *Appl. Opt.* **36** 6711
- [23] Stone J J 1972 *Opt. Soc. Am.* **62** 327
- [24] Davis C C, Petuchowski S J 1981 *Appl. Opt.* **20** 2539
- [25] Yang F, Jin W, Lin Y C, Wang C, Ho H L, Tan Y Z 2016 *IEEE J. Lightwave Technol.* **99** 1
- [26] Vinayak D, Hyang K K, Michel J F, Gordon S K 2005 *Opt. Express* **13** 6669
- [27] Cao Y C, Jin W, Yang F, Ho H L 2014 *Opt. Express* **22** 13190
- [28] Russell P S J 2003 *Science* **299** 358
- [29] Smith C M, Venkataraman N, Gallagher M T, Müller D, West J A, Borrelli N F 2003 *Nature* **424** 657
- [30] Benabid F, Couny F, Knight J C, Birks T, Russell P S J 2005 *Nature* **434** 488
- [31] Owens M A, Davis C C, Dickerson R R 1999 *Analytical Chemistry* **71** 1391
- [32] Weston N D, Sakthivel P, Mukherjee P 1993 *Appl. Opt.* **32** 828
- [33] Jackson D A, Priest R, Dandridge A, Tveten A B 1980 *Appl. Opt.* **19** 2926
- [34] Frish M B R T, Wainner M C, Laderer K R, Parameswaran D M, Sonnenfroh M A Druy 2011 *Proc. SPIE* **8032** 803209
- [35] Yang F, Tan Y Z, Jin W, Lin Y C, Qi Y, Ho H L 2016 *Opt. Letters* **41** 3025
- [36] Yang F, Jin W 2015 *Proc. of SPIE* **9634** 963410
- [37] Krakenes K, Blotekjir K 1989 *Opt. Letters* **14** 1152
- [38] Ma J, Yu Y Q, Jin W 2015 *Opt. Express* **23** 29268
- [39] Lin Y C, Jin W, Yang F 2016 *CLEO STu4H.3*
- [40] Lin Y C, Jin W, Yang F, Ma J, Wang C, Ho H L 2016 *Scientific Reports* **6** 39410
- [41] Cubillas A M, Unterkofler S, Euser T G, Etzold B J, Jones A C, Sadler P J 2013 *Chemical Society Reviews* **42** 8629
- [42] Unterkofler S, McQuitty R J, Euser T, Farrer N J, Sadler P, Russell P S J 2012 *Opt. Letters* **37** 1952

SPECIAL TOPIC — Optical Fiber Sensor

Advances in optical fiber photothermal interferometry for gas detection*

Miao Yin-Ping¹⁾²⁾ Jin Wei^{1)2)†} Yang Fan¹⁾²⁾ Lin Yue-Chuan¹⁾²⁾ Tan Yan-Zhen¹⁾²⁾
Hoi Lut Ho¹⁾²⁾

1) (*Department of Electrical Engineering, The Hong Kong Polytechnic University, Hong Kong, China*)

2) (*The Hong Kong Polytechnic University Shenzhen Research Institute, Shenzhen 518057, China*)

(Received 1 April 2017; revised manuscript received 5 April 2017)

Abstract

We report our recent work on the development of a highly sensitive gas detection technique-photothermal interferometry spectroscopy with hollow-core optical fibers. The basic principle of operation, generation and detection of dynamic photothermal phase modulation, and method to improve the response time of the hollow-core fiber sensors are described. The technique has ultra-high sensitivity and dynamic range, and the measurement is not affected by reflection/scattering and other non-absorbing losses. Sensors based on such a technique could be made compact in size with remote detection, multiplexing and networking capability, which would enable a range of high performance applications in environmental, medical and safety monitoring.

Keywords: photothermal spectroscopy, hollow-core photonics bandgap fiber, gas sensor, optical fiber interferometry, optical fiber sensor

PACS: 42.81.-i, 78.20.nb, 07.07.Df, 07.60.Ly

DOI: [10.7498/aps.66.074212](https://doi.org/10.7498/aps.66.074212)

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 61535004, 61290313).

† Corresponding author. E-mail: ewjin@polyu.edu.hk