飞秒激光改性区选择性化学腐蚀加工光纤微纳结构传感器

褚东凯, 孙小燕*, 董欣然, 胡友旺, 周剑英, 王聪, 段吉安*

中南大学高性能复杂制造国家重点实验室, 长沙 410083

* 联系人, E-mail: sunxy@csu.edu.cn; duanjian@csu.edu.cn

2015-07-06 收稿, 2015-09-07 修回, 2015-09-17 接受, 2015-10-27 网络版发表

国家自然科学基金(91123035, 91323301, 51475482, 51335011, 51475481)、国家重点基础研究发展计划(2011CB013000)和教育部“新世纪优秀人才支持计划”(NCET-12-0548)资助

摘要 光纤微纳结构传感器具有体积小、质量轻、抗电磁干扰和灵敏度高优点, 已成为各领域不可或缺的传感器件. 本文简要介绍了飞秒激光改性区选择性化学腐蚀加工光纤微纳结构的方法, 并根据传感器工作原理, 将所得传感器件分为干涉型、衍射型和复合型3种. 重点阐述了各类型器件的结构和性能, 并对运用该方法制作的光纤微纳结构进行总结和展望.

关键词 飞秒激光, 化学腐蚀, 光纤微纳结构

随着光信息技术的快速发展, 以光波为载体、光纤为媒介的新型光纤传感技术备受关注. 在光纤中引入微纳结构, 可实现对温度^[1,2]、应力应变^[3]、溶液折射率^[4]、弯曲曲率^[5,6]、pH^[7]等物理参量变化的测试, 在建筑工程、环境监测、航空航天、石油化工、医学等领域有广泛的应用前景.

光纤中的微结构根据结构本身性质主要可分为结构变形型^[8-12]、折射率调制型^[13]和材料去除型^[14]. 其中结构变形型主要利用电弧放电、加热、拉伸、扭曲等方法改变光纤结构; 折射率调制型制作方法主要是利用激光或外界参量变化(如机械压制)控制光纤局部折射率产生永久性变化; 材料去除型主要利用机械磨抛、化学腐蚀和激光烧蚀等方法将光纤局部材料去除. 由于飞秒激光脉冲持续时间短, 聚焦后具有高达 10^{22} W/cm²的峰值功率, 可在光纤内实现纳米到微纳量级材料改性与去除型三维结构加工.

飞秒激光改性加工光纤微结构时, 激光能量通

常小于5 mW, 且光纤几何结构不发生变化, 因此机械强度基本与裸光纤相当. 而当飞秒激光去除加工光纤微结构时, 激光能量通常接近10 mW^[15,16], 甚至更大. 原光纤几何结构会被破坏, 并存在大量缺陷和裂纹, 大大降低了光纤机械强度, 容易发生断裂, 难以满足批量生产与实用化的需求. 而飞秒激光改性区选择性化学腐蚀的加工方法可较好地解决上述问题.

1 光纤的飞秒激光改性区选择性化学腐蚀机理

实现标准单模光纤导波功能的主体结构为纤芯和包层, 纤芯一般进行了Si或Ge掺杂的石英, 以提高材料折射率, 而包层为纯石英材料. 石英玻璃易与氢氟酸发生化学反应而被溶解, 因此为光纤微结构去除腐蚀加工提供了有效方法. 但由于光纤的三维柱对称结构、端面尺寸为微米量级、不易在光纤端面和侧面开展掩模加工, 因此无法实现利用半导体平面

引用格式: 褚东凯, 孙小燕, 董欣然, 等. 飞秒激光改性区选择性化学腐蚀加工光纤微纳结构传感器. 科学通报, 2015, 60: 576-584

Chu D K, Sun X Y, Dong X R, et al. The fabrication of micro-nano structure optical fiber sensor used by femtosecond laser in combination with selective chemical etching (in Chinese). Chin Sci Bull, 2015, 60: 576-584, doi: 10.1360/N972015-00766

工艺技术在光纤内部和表面选择性腐蚀加工微结构。

当不同激光通量(由激光脉冲能量和聚焦状态共同决定)的飞秒激光聚焦到石英材料内部时,会使材料发生由改性到去除的光学损伤。通常当激光通量略高于改性阈值时,被激光扫描过的石英材料状态密度会发生变化,使之更容易与酸发生反应,实现选择性腐蚀。当激光通量介于材料的改性阈值和去除阈值之间时,激光加工区域氧原子的价电子状态发生改变,致使激光辐照区材料与酸接触时腐蚀反应速率提升。其次,石英内部加工区域可得到垂直于激光的偏振方向的周期性纳米缝隙^[17],当这些缝隙与加工扫描方向一致时(图S1),HF酸能够很快地沿着这些纳米缝隙进入材料内部发生反应,提高选择性腐蚀比。当激光通量达到去除阈值时,石英材料内部会发生一定范围内的微爆炸,使区域内产生空腔,这些空腔也会促进腐蚀的进行。此外,HF酸浓度、温度等参数也对腐蚀速率有重要影响。通过工艺优化的飞秒激光加工石英材料,可诱导HF酸实现大于100:1的选择性腐蚀比^[18~20]。

利用飞秒激光改性区选择性化学腐蚀方法加工光纤微结构已成为光纤传感领域的研究热点之一,基于目前最新研究成果和进展,并根据器件原理,本文将光纤微结构分为3种类型,即干涉型、衍射型和复合型。其中,干涉型器件主要包括微法布里-珀罗干涉仪(FPI)传感型和马赫-泽德尔干涉仪(MZI)传感型;衍射型器件主要包括光纤布拉格(FBG)光栅结合微通道和长周期光纤光栅(LPFG);复合型器件主要包括lab-in-fiber系统。同时阐述了这些方法的优点与不足,并作出了展望。

2 飞秒激光改性区选择性化学腐蚀

飞秒激光以其极高的峰值功率和超短的脉冲持续时间等优点广泛应用于金属^[21]、半导体、陶瓷、玻璃及其他透明介质^[22]等材料的加工,而飞秒激光结合化学腐蚀方法的研究最早是在玻璃上展开的。1998年京都大学Kondo等人^[23]在经过特殊处理的掺 Ag^{3+} 和 Ce^{3+} 玻璃上加工了微隧道。随后,德岛大学Marcinkevicius等人^[24]采用波长为795 nm,重复频率1 kHz,脉宽120 fs的激光器在硅玻璃中进行了三维微结构的扫描;然后将样品放置在5% HF酸溶液中腐蚀3 h,得到了如图S2所示的结构。相比于用光敏处理过的玻璃而言,该工艺处理更简单易行。2004年,美国伦斯

勒理工学院自动化研究中心的Bellouard等人^[25]在熔融玻璃中加工出高孔径比的微通道结构,并利用扫描电子显微镜(SEM)分析了这些微结构,对飞秒激光与玻璃的作用机制提出了新的认识。

飞秒激光在透明介质的三维结构加工上具有高峰值功率、热效应小等得天独厚的优势,特别适用于紧凑的光纤传感器件加工。2005年,Lai等人^[26]对关于飞秒激光改性区选择性化学腐蚀加工光纤微通道进行了研究。随后,Lai等人^[27]又取得了一系列的突破,同时其他科研单位也纷纷开展了这方面的研究工作。

2.1 干涉型光纤传感型

近年来折射率传感器在生化反应、环境监测和医学治疗等方面的应用与日俱增,具有多重优点的全光纤折射率传感器发展迅速。目前基于FPI^[28],MZI^[29,30]的传感器不断被提出,但是传统的加工制造方法对光纤纤芯模式和包层模式之间有效折射率的调制非常小,极大限制了其在高折射率传感(RI)领域的应用。采用飞秒激光结合化学腐蚀方法可以在光纤内部进行三维结构的加工,实现待测液体与光场的直接作用,极大地提高了其传感性能;不但可以用作折射率传感器,同时还可以测量温度压力等其他重要参数。

重庆大学饶云江课题组^[31]自2000年开始从事激光微结构加工技术的研究;并于2007年利用波长为800 nm,脉宽为120 fs,重复频率为1 kHz的激光器在单模光纤(corning SMF-28)和光子晶体光纤(ESM-12-01)中加工了腔长 L 为75~80 μm ,腔深 D 为75 μm ,腔宽 W 为30 μm 的微型法布里-珀罗干涉腔,图1(a)和(b)分别为基于单模光纤法FPI(SMF-MFPI)和基于光子晶体光纤的FPI(PCF-MFPI)。相比于在玻璃毛细管中插入或拼接2段光纤等传统FPI制作方式,该方法实现了良好的重现性。基于2种不同类型光纤的法布里-珀罗干涉腔的压力和温度传感特性的研究结果表

图1 (a) SMF-MFPI和(b) PCF-MFPI的光学显微镜照片^[31]

Figure 1 Optical micrograph of SMF-MFPI (a) and PCF-MFPI (b)^[31]

明, 两者的温度传感性能基本相同, 灵敏度为 $-0.002 \text{ nm}/^{\circ}\text{C}$. 但基于单模光纤的压力灵敏度为 $0.006 \text{ nm}/\mu\text{e}$, 高于基于光子晶体光纤的灵敏度 $0.0045 \text{ nm}/\mu\text{e}$. 随后, 饶云江课题组^[32]通过在光子晶体光纤上加工FP腔研究了其应变传感性能, 研究表明, 在 $0\sim 1500 \mu\text{e}$ 的应变范围内, 其应变灵敏度为 $0.0036 \text{ nm}/\mu\text{e}$, 而且其线性度达到 0.9989 .

2014年, 北京理工大学的姜澜课题组^[33]在飞秒激光微加工方面取得了巨大成就. 采用波长为 800 nm , 脉宽为 200 fs , 重复频率为 250 kHz 的激光器制得了光纤微流体装置(图2). 其垂直方向的孔使HF酸在腐蚀过程中能够容易进入纤芯内部进行腐蚀, 在测试过程中被测溶液能方便流入流出. 而纤芯内部结构相当于1个FP腔体, 用来测量液体折射率的变化. 加工过程中将光纤放入水中加工, 可以适当地避免光纤表面对激光的二次聚焦, 使激光扫描的区域更加精密准确. 激光加工之后, 光纤放入HF酸腐蚀得到理想微结构; 将其置于不同浓度的蔗糖溶液中进行测试, 同时用超声波清洗器协助液体进入(流出)到光纤横向腔体内(外), 避免了腔体中含有空气而影响测量结果. 每次测完一种浓度的蔗糖溶液, 需要用丙酮溶液和去离子水清洗, 待其干燥且透射谱(或反射谱)回到初始位置后, 再进行下一组测量. 测量结果表明, 随溶液浓度的上升, 干涉图样产生了红移现象(图S3), 其折射率灵敏度为 $1135.7 \text{ nm}/\text{RIU}$ (RIU, 正折射率指数单位).

本课题组^[34]利用该方法制备了一种V型MZI. 采用的激光放大器参数波长为 800 nm , 脉宽 120 fs , 重复频率 1 kHz . 该MZI具有非常好的折射率灵敏度, 其 n^{th} 和 $(n-1)^{\text{th}}$ 阶衰减峰的灵敏度分别为 $-8227.29\pm$

图2 (网络版彩色)(a) 光纤微流体显微图片($L=55 \mu\text{m}$, $H=20 \mu\text{m}$); (b) 微流体上视图^[33]

Figure 2 (Color online) (a) Microscope image of the fabricated all-in-fiber optofluidic device ($L=55 \mu\text{m}$, $H=20 \mu\text{m}$); (b) top view of the fiber device^[33]

134.27 和 $-10536.86\pm 76.04 \text{ nm}/\text{RIU}$, 线性度也高达 0.9984 , 比直接由飞秒激光加工的MZI折射率灵敏度有了显著提高. 实验时将飞秒激光加工好的样品浸入5%的HF中腐蚀一段时间, 在光纤上形成了V槽型的结构, 其V槽型的光纤端面显微图如图3所示. $50 \mu\text{m}$ 的MZI样品放在不同浓度的NaCl溶液中, 测量其对折射率的敏感特性. 结果如图4所示, 随着折射率的增加, MZI的衰减峰向短波方向漂移, 这是因为随着外界环境折射率的增加, 有效折射率的变化 Δn_{eff} 减少, 因而波峰蓝移. 此外, 还加工了腔体长度为 $50, 100, 200 \mu\text{m}$ 的样品, 比较了折射率敏感特性, 结果表明灵敏度基本不受V型腔长度影响. 最近, 本课题组^[35]完成了另外一个微矩形腔MZI结构, 如图S4所示. 测试的结果表明, 此结构的折射率灵敏度达到了 $17197.04 \text{ nm}/\text{RIU}$, 线性度达到 0.99963 .

传统光栅类型(LPFG, FBG)折射率传感器是通过改变高阶模折射率的变化实现测量, 灵敏度为数十 nm/RIU , 而MZI主要是通过改变纤芯的有效折射率来测量外界的折射率变化, 故灵敏度可高达 $10000 \text{ nm}/\text{RIU}$ 以上.

2.2 衍射型光纤传感器

1978年, 加拿大通讯研究中心Hill等人^[36]在掺锗光纤中制作出世界上第一根光纤光栅, 基于FBG和LPFG的传感器从此引起了广泛关注, 经过近30年的研究已经基本实现了产业化. 然而, 由于FBG与LPFG的模式耦合局限在纤芯, 导致其对周围环境折射率变化(SRI)不敏感. 近年来出现了一些对FBG和

图3 (网络版彩色)飞秒激光结合化学腐蚀V型MZI端面图^[34]

Figure 3 (Color online) Cross section of micro slot in SMF fabricated by femtosecond laser and HF etching^[34]

图4 (网络版彩色)(a) 50 μm V型MZI在不同浓度NaCl溶液中的透射光谱; (b) 50 μm V型MZI折射率灵敏度拟合直线^[34]

Figure 4 (Color online) (a) The measured transmission spectra vary with five different concentration NaCl solution of 50 μm V-shaped slot fiber; (b) the measured resonant dip wavelength variation of 50 μm V-shaped slot fiber with the RI^[34]

LPFG的光纤直接进行腐蚀的方法来增加其SRI灵敏度^[37,38],但是会导致光纤的力学性能严重降低。飞秒激光改性结合化学腐蚀方法的出现解决了这一难题。

2007年, Zhou课题组^[39]将长、宽、高分别为500, 125, 1.2 μm 的微通道植入光纤FBG, 制得了液心波导, 用于折射率的测量, 几何图形如图S5所示。其灵敏度达到945 nm/RIU, 且测试的折射率范围高达1.55。随后, 他们又与杨志军课题组^[40]合作制备了在FBG中植入另一种微通道的微结构, 如图5所示。其折射率传感性能测试结果如图6所示, 结果表明其灵敏度在一定范围内正比于该微通道的长度 L , 该通道长度从5变为35 μm 后, 折射率灵敏度也从1.15变化到9.08 nm/RIU。

2011年, 吉林大学孙洪波课题组^[41]采用飞秒激光改性化学腐蚀的方法制作了一种如图S6所示的全新FBG。采用波长为800 nm, 脉宽100 fs, 重复频率1 kHz的激光放大器, 通过相位掩膜法对SMF进行加工, 制作的FBG长度约6 mm, 周期为1.665 μm , 改性区域约为3 μm 。完成加工之后将样品放入4%的HF酸中, 腐蚀40 min后取出放入 NaHCO_3 溶液进行中和,

之后放置在超声波水中将改性区的溶液和杂质分离出来。实验测得其折射率的灵敏度达到5.484 nm/RIU; 当溶液折射率从1.33变化到1.40, 且SRI变化时, 传输功率灵敏度为151.347 dB/RIU。而且其传输功率基本不随温度改变而变化, 因此该装置可同时用作温度和折射率传感器。

LPFG具有较好的传感特性, 因此研究者尝试在不同光纤中运用不同方法^[42~45]来加工LPFG。2010年, 香港理工大学的Liu等人^[46]打破传统制作方法, 在光子晶体光纤上加工了一种新颖的LPFG(图S7)。2013年, 孙洪波课题组^[47]在SMF上加工了由一系列微通道组成的LPFG, 其长度仅为3 mm, 但是它对弯曲依旧敏感, 因此在后续的测量中要保持此光栅拉直, 如图7所示。激光改性之后, 同样需要放在4%的HF酸溶液中进行腐蚀。实验结果表明, 当折射率在1.33附近变化时, 该LPFG的折射率灵敏度为-692 nm/RIU, 比其他LPFG灵敏度有明显的提高。同时还可以用于低温传感和压力传感, 经过腐蚀的光纤芯轴承受能力降低, 因此样品仅仅能够承受2000 μm 的力, 作为压力传感器的灵敏度为-2.4 nm/m ϵ 。当温度从30 $^{\circ}\text{C}$ 变为120 $^{\circ}\text{C}$

图5 (a) 微隧道显微图; (b) 微隧道整体图; (c) FBG结合FP传感器原理图^[40]

Figure 5 (a) Microchannel on the surface of fiber; (b) microchannel across whole fiber section; (c) the schematics of the FBG FP RI sensor^[40]

图6 不同浓度液体中FBG结合(a) 5 μm 和(c) 35 μm 微隧道器件的干涉图; FBG结合(b) 5 μm 和(d) 35 μm 微隧道器件灵敏度拟合直线图^[40]

Figure 6 Spectra of the (a) 5 μm and (c) 35 μm micro-channel devices submerged in different RI oils; linear relation-plots between the wavelength of the resonant peak and RI of the oil for (b) 5 μm and (d) 35 μm micro-channel devices^[40]

时, 该样品的光谱图发生了红移, 温度灵敏度为9.95 pm/°C, 线性度为0.995. 该方法得到的LPFG不需要精确的纵向定位, 可以提高加工速度与效率; 更为重要的是, 可以获得比普通方法更高的折射率灵敏度.

2.3 复合型光纤传感型

2014年, Haque等人^[48]采用中心波长1050 nm, 重复频率1 MHz, 脉宽200 fs的激光器和100 $\times$ (NA 1.25)的显微物镜加工出一系列的微结构, 并将该微结构耦合到同一根光纤中, 制作了lab-in-fiber系统. 这些结构不仅包含干涉型和衍射型部分, 而且还包含了利用光散射原理测试折射率等参数的微通道. 此系统包括包层膜光波导、X耦合器、FBG、微通孔、全反射(TIR)镜面等(图8), 可以用来测量折射率、温度、压力等参数. X耦合器将从左侧入射的光耦合到单模光纤纤芯波导(SMF core waveguide, 第1分支)和激光致包层波导(第2分支)中. 纤芯波导之后的元件是一个贯穿光纤的横向微通孔(through hole), 直径约5 μm , 里面可充满荧光染料, 故纤芯波导能够同时激发和捕捉此孔内的荧光信号, 该信号可以用来做传

统的光谱吸收图. 孔之后是一段FBG, 与纤芯波导同心, 用来测量温度和轴向力, 且对光纤弯曲不敏感. 紧跟FBG的是一小截熔接的空心光纤, 能将纤芯的信号耦合到由激光形成的波导中(laser-formed waveguide), 再在其后安装1个在线FPI(in line FPI)用作折射率传感器. 第2分支是由X耦合器将光信号耦合到激光加工的弯曲轨迹中(定义为中心波导龙头), 能够作为一个很好的包层FPI(cladding FPI, 长度为27.1 μm), 测量折射率和弯曲性能. 它的输入输出(input/output tap)植入1个完全内反射的镜面, 用来将外部光源径向信号转化为波导内部信号, 或者将波导中的信号径向输出到外部用来诊断, 亦可以用来消除一些对下游传感元件光谱干扰的包层膜信号, 提高信噪比, 其最小入射角度为43.2°. 加工之后, 截取空心光纤(coreless fiber)前段结构进行传感特性的研究, 由于X耦合器(与激光形成的波导之间存在2°的偏移)可将入射光的40%通入到FBG中, 40%通入包层FPI, 剩余的20%被损耗掉. 当温度由40°C变化到200°C时, FBG的温度灵敏度为11.1 pm/°C, 与理论分析值相近, 而包层FPI对温度变化不敏感. 用包层FPI

图7 (网络版彩色)(a) 飞秒激光改性区选择性化学腐蚀LPFG原理图; (b) 腐蚀前的加工痕迹显微镜图; (c) 加工横截面图; (d) 腐蚀后的SEM图^[47]

Figure 7 (Color online) (a) Schematic diagram of the periodic straight-line laser-modified structure by fs laser direct writing; (b) microscope image of the periodic straight-line laser-modified waveguides intersecting the fiber core with a period of 100 μm before HF etching; (c) cross-sectional view; (d) SEM images of the PMC structure^[47]

测量弯曲导致压力变化时, 其灵敏度为 $2.7 \pm 0.5 \text{ pm}/\mu\text{e}$, 而温度导致折射率变化的折射率检测极限为 5×10^{-4} . 该系统巧妙地将几个不同的光纤微纳结构组合在一起, 同时满足几个参数的测量, 充分地发挥了该方法的优势和特点, 为人们加工更为复杂的结构系统起到了很好的借鉴作用.

3 结论与展望

目前利用飞秒激光改性区选择性化学腐蚀加工功能性器件的相关研究才刚刚开始, 因此该领域具有广阔的研究空间. 相比于传统制作MZI的方法, 该方法对纤芯折射率进行了调制, 使光场和测试液体直接接触, 极大地提高了传感器测试性能. 与其他提升FBG与LPFG周围折射率灵敏度的方法相比, 该方法可以有效地解决直接对光栅腐蚀造成光纤力学性

图8 (网络版彩色)(a) 测量多个传感参数的光学特性示意图; (b) LIF的原理示意图^[48]

Figure 8 (Color online) (a) Optical characterization schematic for simultaneous probing of multiple LIF sensing elements; (b) schematic of the proposed LIF sensing elements^[48]

能差这一缺点. 最重要的是, 通过该方法可以在光纤内部集成多种功能性器件来满足各种苛刻的测试要求, 能够同时测量2个或多个重要参数.

飞秒激光改性区选择性化学腐蚀加工方法是一种比较新颖的微加工方法, 和传统的直写加工方式相比, 其可控制的参数较多, 如激光能量、扫描速度、腐蚀时间、腐蚀液浓度等, 因此可通过工艺优化采用较小的能量获得理想的结构, 避免了过大的能量对光纤力学性能的影响. 与采用熔接方法在光纤内部获得一些微流体、微通道结构相比, 该方法可以获得更好的机械性能. 该方法加工的光纤传感器, 对折射率、压力、温度等物理参数具有较高的灵敏度, 在制药、生物等领域具有重要的作用.

由于飞秒激光与物质相互作用的复杂性, 对于飞秒激光脉冲与光纤相互作用微观机理研究的还不够深入, 目前还没有一个完备的理论来解释. 在加工制造方面, 由于光纤的二次聚光等影响, 加工完成的功能性器件表面粗糙度还有待提高. 针对这些问题, 今后的研究重点可通过结合结构的光学性能、传感性能和可靠性等因素, 设计适于该加工方法制造的光纤微结构; 同时优化激光改性和腐蚀工艺参数来实

现结构加工的精确可控,为精密传感领域应用提供高性能光纤传感器件加工。

国内虽然在这方面起步较晚,相比国外在系统化方面比较欠缺,但是一些科研机构已经取得了长

足的进步。伴随着工业生产的需要,以及激光加工技术的提高,相信该方法将被不断改进提升,各种结构新颖功能丰富的光纤微纳结构也会相继问世,并将获得广阔的应用前景。

参考文献

- 1 Jewart C M, Wang Q Q, Canning J, et al. Ultrafast femtosecond-laser-induced fiber Bragg gratings in air-hole microstructured fibers for high-temperature pressure sensing. *Opt Lett*, 2010, 35: 1443–1445
- 2 Rao Y J, Ran Z L, Liao X, et al. Hybrid LPFG/MEFPI sensor for simultaneous measurement of high-temperature and strain. *Opt Express*, 2007, 15: 14936–14941
- 3 Choi H Y, Kim M J, Lee B H. All-fiber Mach-Zehnder type interferometers formed in photonic crystal fiber. *Opt Express*, 2007, 15: 5711–5720
- 4 Li B, Jiang L, Wang S, et al. Femtosecond laser fabrication of long period fiber gratings and applications in refractive index sensing. *Opt Laser Technol*, 2011, 43: 1420–1423
- 5 Yin G L, Lou S Q, Lu W L, et al. A high-sensitive fiber curvature sensor using twin core fiber-based filter. *Appl Phys B*, 2014, 115: 99–104
- 6 Lin C Y, Wang L A, Chern G W. Corrugated long-period fiber gratings as strain, torsion, and bending sensors. *J Lightwave Technol*, 2001, 19: 1159–1168
- 7 Noto M, Khoshshima M, Keng D, et al. Molecular weight dependence of a whispering gallery mode biosensor. *Appl Phys Lett*, 2005, 87: 223901
- 8 Frazão O, Falate R, Fabris J L, et al. Optical inclinometer based on a single long-period fiber grating combined with a fused taper. *Opt Lett*, 2006, 31: 2960–2962
- 9 Lu P, Chen Q. Asymmetrical fiber Mach-Zehnder interferometer for simultaneous measurement of axial strain and temperature. *IEEE Photonics J*, 2010, 2: 942–953
- 10 Frazão O, Viegas J, Caldas P, et al. All-fiber Mach-Zehnder curvature sensor based on multimode interference combined with a long-period grating. *Opt Lett*, 2007, 32: 3074–3076
- 11 Villatoro J, Minkovich V P, Monzón-Hernández D. Compact modal interferometer built with tapered micro-structured optical fiber. *IEEE Photonics Technol Lett*, 2006, 18: 1258–1260
- 12 Tian Z, Yam S S H, Barnes J, et al. Refractive index sensing with Mach-Zehnder interferometer based on concatenating two single-mode fiber tapers. *IEEE Photonics Technol Lett*, 2008, 20: 626–628
- 13 Lim J H, Jang H S, Lee K S, et al. Mach-Zehnder interferometer formed in a photonic crystal fiber based on a pair of long-period fiber gratings. *Opt Lett*, 2004, 29: 346–348
- 14 Wei T, Lan X, Xiao H, et al. Fiber in-line core-cladding-mode Mach-Zehnder interferometer fabricated by two-point CO₂ laser irradiations. *IEEE Photonics Technol Lett*, 2009, 21: 669–671
- 15 Wang Y, Yang M W, Wang D N, et al. Fiber in-line Mach-Zehnder interferometer fabricated by femtosecond laser micromachining for refractive index measurement with high sensitivity. *J Opt*, 2010, 27: 370–374
- 16 Wang Y, Li Y H, Liao C R, et al. High-temperature sensing using miniaturized fiber in-line Mach-Zehnder interferometer. *IEEE Photonics Technol Lett*, 2010, 22: 39–41
- 17 Cai H L, Yan X L, Jiang L, et al. Advances in femtosecond laser fabrication of micro-channels (in Chinese). *Trans Beijing Inst Technol*. 2012, 32: 991–1003 [蔡海龙, 闫雪亮, 姜澜, 等. 飞秒激光微通道加工研究进展. 北京理工大学学报, 2012, 32: 991–1003]
- 18 Lai Y, Zhou K, Zhang L, et al. Micro channels in conventional single-mode fibers. *Opt Lett*, 2006, 31: 2559–2561
- 19 Bellouard Y, Said A, Dugan M, et al. Fabrication of high-aspect ratio, micro-fluidic channels and tunnels using femtosecond laser pulses and chemical etching. *Opt Express*, 2004, 12: 2120–2129
- 20 Zhou K M, Zhang L, Chen X F, et al. Microstructures made in optical fiber with femtosecond laser. *Int J Smart Nano Mater*, 2010, 1: 237–248
- 21 Wang L, Xu B B, Chen Q D, et al. Maskless laser tailoring of conical pillar arrays for antireflective biomimetic surfaces. *Opt Lett*, 2011, 36: 3305–3307
- 22 Ku J F, Chen Q D, Zhang R, et al. Whispering-gallery-mode microdisk lasers produced by femtosecond laser direct writing. *Opt Lett*, 2011, 36: 2871–2873
- 23 Kondo Y, Suzuki T, Inouye H, et al. Three-dimensional microscopic crystallization in photosensitive glass by femtosecond laser pulses at nonresonant wavelength. *J Appl Phys*, 1998, 37: 94–96
- 24 Marcinkevicius A, Juodkakis S, Watanabe M, et al. Femtosecond laser-assisted three-dimensional microfabrication in silica. *Opt Lett*, 2001, 26: 277–279
- 25 Bellouard Y, Said A, Dugan M, et al. Fabrication of high-aspect ratio, micro-fluidic channels and tunnels using femtosecond laser pulses and chemical etching. *Opt Express*, 2004, 12: 2020–2029
- 26 Lai Y, Zhou K, Dubov M, et al. Fabrication of micro-channels in optical fibers using femtosecond laser pulses and selective chemical etching. In: *Optical Fiber Communication Conference and National Fiber Optic Engineers Conference*. Piscataway: IEEE, 2006. 286–288

- 27 Lai Y, Zhou K, Bennion I, et al. Microchannels in conventional single-mode fibers. *Opt Lett*, 2006, 31: 2559–2561
- 28 Liao C R, Hu T Y, Wang D N. Optical fiber Fabry-Perot interferometer cavity fabricated by femtosecond laser micromachining and fusion splicing for refractive index sensing. *Opt Express*, 2012, 20: 22813–22818
- 29 Yang J, Jiang L, Wang S, et al. High sensitivity of taper-based Mach-Zehnder interferometer embedded in a thinned optical fiber for refractive index sensing. *Appl Opt*, 2011, 50: 5503–5507
- 30 Wang J N, Tang J L. Photonic crystal fiber Mach-Zehnder interferometer for refractive index sensing. *Sensors*, 2012, 12: 2983–2995
- 31 Rao Y J, Deng M, Duan D W, et al. Micro Fabry-Perot interferometers in silica fibers machined by femtosecond laser. *Opt Express*, 2007, 15: 14123–14128
- 32 Rao Y J, Duan D W, Yang X C, et al. Photonic crystal fiber Fabry-Perot sensor fabricated using femtosecond laser (in Chinese). *Acta Photon Sin*, 2009, 38: 91–93 [饶云江, 段德稳, 杨晓辰, 等. 飞秒激光加工光子晶体光纤微型 FP 传感器研究. *光子学报*, 2009, 38: 91–93]
- 33 Yuan L, Huang J, Lan X, et al. All-in-fiber optofluidic sensor fabricated by femtosecond laser assisted chemical etching. *Opt Lett*, 2014, 39: 2358–2361
- 34 Sun X Y, Dong X R, Duan J A. A robust high refractive index sensitivity fiber Mach-Zehnder interferometer fabricated by femtosecond laser machining and chemical etching. *Sens Actuator A Phys*, 2015, 230: 111–116
- 35 Sun X Y, Chu D K, Dong X R, et al. Highly sensitive refractive index fiber inline Mach-Zehnder interferometer fabricated by femtosecond laser micromachining and chemical etching. *Opt Laser Technol*, 2016, 77: 11–16
- 36 Hill K O, Fujii Y, Johnson D C, et al. Photo-sensitivity in optical fiber waveguides: Application to reflection filters fabrication. *Appl Phys Lett*, 1978, 32: 647–649
- 37 Zhou K M, Chen X F, Simpson G, et al. Temperature referenced high sensitivity point-probe optical fiber chem-sensors based on cladding etched fiber Bragg gratings. *Proc SPIE*, 2004, 5459: 409–414
- 38 Zhou K M, Chen X F, Zhang L, et al. Implementation of optical chemsensors based on HF-etched fiber Bragg grating structures. *Meas Sci Technol*, 2006, 17: 1140–1145
- 39 Yan Z J, Saffari P, Zhou K M, et al. Optical RI sensor based on an in-fiber Bragg grating Fabry-Perot cavity embedded with a micro-channel. *Proc SPIE*, 2012, 8426: 842609
- 40 Zhou K M, Lai Y C, Chen X F, et al. A refractometer based on a micro-slot in a fiber Bragg grating formed by chemically assisted femtosecond laser processing. *Opt Express*, 2007, 15: 15848–15853
- 41 Yang R, Yu Y S, Chen C, et al. Rapid fabrication of micro hole array structure optical fibers. *Opt Lett*, 2011, 36: 3879–3881
- 42 O'Regan B J, Nikogosyan D N. Femtosecond UV long-period fibre grating fabrication with amplitude mask technique. *Opt Commun*, 2011, 284: 5650–5654
- 43 Wang Y P, Liao C R, Zhong X Y, et al. Long period fiber gratings written in photonic crystal fibers by use of CO₂ laser. *Photonic Sens*, 2013, 3: 193–201
- 44 Huang Q D, Yu Y Q, Ou Z L, et al. Refractive index and strain sensitivities of a long period fiber grating. *Photonic Sens*, 2014, 4: 92–96
- 45 Amit S. Long period fiber grating based refractive index sensor with enhanced sensitivity using Michelson interferometric arrangement. *Photonic Sens*, 2015, 5: 172–179
- 46 Liu S J, Jin L, Jin W, et al. Structural long period gratings made by drilling micro-holes in photonic crystal fibers with a femtosecond infrared laser. *Opt Express*, 2010, 18: 5496–5503
- 47 Guo J C, Yu Y S, Xue Y, et al. Compact long-period fiber gratings based on periodic microchannels. *Photonics Technol Lett*, 2013, 25: 111–114
- 48 Haque M, Lee K K C, Ho S, et al. Chemical-assisted femtosecond laser writing of lab-in-fibers. *Lab Chip*, 2014, 14: 3817–3829

补充材料

图 S1 不同偏振方向样品表面刻蚀结果 SEM 图像

图 S2 在 HF 酸中腐蚀 2 h 后样品的三维结构图

图 S3 不同浓度液体中微流体干涉图; 折射率灵敏度拟合直线图

图 S4 矩形微腔体 MZI 端面图

图 S5 微狭槽几何形状

图 S6 飞秒激光和光纤光栅掩膜板等实验装置原理图; FBG 光栅扫描区域原理图

图 S7 光子晶体光纤中 LPG 上视图; LPG 横截面 SEM 图; LPG 侧视图

本文以上补充材料见网络版 csb.scichina.com. 补充材料为作者提供的原始数据, 作者对其学术质量和内容负责.

The fabrication of micro-nano structure optical fiber sensor used by femtosecond laser in combination with selective chemical etching

CHU DongKai, SUN XiaoYan, DONG XinRan, HU YouWang, ZHOU JianYing,
WANG Cong & DUAN JiAn

The State Key Laboratory of High Performance and Complex Manufacturing, Central South University, Changsha 410083, China

Femtosecond lasers, with extremely high peak power and ultra-short pulse duration, are widely applied in fibers, fused-silica glasses, and other transparent materials. Studies using femtosecond lasers to fabricate waveguides, grating, microfluidic channel, and other functional devices in these materials have been widely reported. Optical fiber sensor fabricated using a combination of femtosecond laser modification and selective chemical etching have various advantages, such as low volume, light quality, high resistance to electromagnetic interference, and high sensitivity. These sensors are a vital part in various fields of study. Also this method of fabrication using a combination of femtosecond laser modification and selective chemical etching can significantly improve the machining efficiency and precision. In this study, we introduce a new method by using the combination of femtosecond laser modification and selective chemical etching for fabrication of fibers with micro-nano structures. Based on the working principle of the sensor, the sensor can be classified into interference-mode, diffraction-mode, and mixed-mode sensors. In addition, the interference-mode sensor mainly includes Fabry-Perot (FP) and Mach-Zehnder (MZ) interference. Compared to conventional method, this method modulates the fiber core refractive index, causes the light field to come in direct contact with the test liquid, and greatly improves the sensitivity of the sensor. The diffraction mode consists of optical fiber Bragg grating (FBG) as well as micro channels and long period fiber grating (LPFG). As compared to other methods used to improve the sensitivity of the FBG and LPFG, this method can effectively maintain the mechanics performance of the material. The mixed mode included the system with lab-in-fibers. This method can integrate different types of functional components to meet the requirements, and simultaneously measure two or more important parameters. Because of this method there are more controllable parameters such as laser power, scanning speed, the corrosion time, corrosion liquid concentration, etc. By optimizing the processing parameters, an ideal three-dimensional (3D) structure can be obtained. The researches on this field started later in China; however, some institutions have already made sufficient progress. With the need of industrial production, the improvement of laser processing technology, and assuming that this method will be persistently improved, many new types of fibers with micro-nano structures will be fabricated with broad application prospect. This article systematically introduced some reviewed structures and their test results. In addition, the advantages and disadvantages of the method are summarized and prospected.

femtosecond laser, chemical corrosion, optical fiber micro-nano structure

doi: 10.1360/N972015-00766