



**POLITECHNIKA
GDAŃSKA**

WYDZIAŁ ELEKTRONIKI,
TELEKOMUNIKACJI I INFORMATYKI



Imię i nazwisko autora rozprawy: Katarzyna Karpienko
Dyscyplina naukowa: elektronika

ROZPRAWA DOKTORSKA

Tytuł rozprawy w języku polskim: Niskokoherencyjne czujniki światłowodowe przeznaczone do pracy w warunkach zmieniającego się tłumienia sygnału w torze optycznym

Tytuł rozprawy w języku angielskim: Low coherence fiber-optic sensors designed to work under conditions of changing attenuation in the optical path

Promotor	Drugi promotor
<i>Podpis</i>	<i>podpis</i>
dr hab. inż. Jerzy Pluciński, prof. nadzw. PG	
Promotor pomocniczy	Kopromotor
<i>Podpis</i>	<i>podpis</i>
dr hab. inż. Małgorzata Jędrzejewska-Szczerska, prof. nadzw. PG	

Gdańsk, 2018



Niskokoherencyjne czujniki światłowodowe
przeznaczone do pracy w warunkach
zmieniającego się tłumienia sygnału w torze
optycznym

mgr inż. Katarzyna Karpienko



Wykaz skrótów i oznaczeń

ALD	z ang. <i>atomic layer deposition</i> – technika osadzania cienkowieksztownego oparta na sekwencyjnym zastosowaniu procesu chemicznego w fazie gazowej
c	prędkość światła w próżni
E	suma amplitud interferujących wiązek
FC/PC	z ang. <i>Ferrule Connector – Physical Contact</i> – standard złącza światłowodowego
I_{out}	moc sygnału wyjściowego interferometru Fabry’ego-Pérot
$I_{out}(\nu)$	rozkład widmowy mocy promieniowania odbitego od interferometru Fabry’ego-Pérot
L	długość wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot,
ΔL	zmiana długości wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot
n	współczynnik załamania światła
Δn	zmiana współczynnika załamania wewnątrz wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot,
RIU	z ang. <i>refractive index unit</i> – jednostka czułości współczynnika załamania światła dla danego materiału
$S(\nu)$	rozkład widma mocy źródła światła
V_0	widzialność prążków widmowych
δ	droga optyczna
λ	długość fali światła
ν	częstotliwość
$\Delta\varphi$	różnica fazy interferujących wiązek

Streszczenie

Rozprawa poświęcona jest zagadnieniu niskokoherencyjnych czujników światłowodowych. Badania przedstawione w pracy miały na celu ocenę możliwości zaimplementowania niskokoherencyjnych czujników światłowodowych do pomiaru różnych wielkości fizycznych z uwzględnieniem warunków zmieniającego się tłumienia sygnału w torze optycznym. W rozprawie zawarto informacje na temat czujników światłowodowych. Dokonano również analizy stanu wiedzy w zakresie metod pomiaru wartości współczynnika załamania oraz przemieszczenia przy użyciu czujników światłowodowych. Zaproponowano wykorzystanie zewnętrznej wnęki Fabry'ego-Pérotta umieszczonej na końcu światłowodu jednomodowego w charakterze interferometru czujnikowego, we współpracy z niskokoherencyjnym układem pomiarowym. W głównej części rozprawy zamieszczono szczegółowy opis opracowanych konstrukcji niskokoherencyjnych czujników światłowodowych oraz badań eksperymentalnych mających na celu zbadanie możliwości wykorzystania tych konstrukcji do pomiaru wybranych wielkości fizycznych, w szczególności w warunkach zmian tłumienia sygnału w torze optycznym poza miejscem pomiarów oraz w quasi-rozłożonych sieciach. Następnie przedstawiono wnioski płynące z analizy prezentowanych wyników badań. Ponadto załączono wybrane publikacje stanowiące część dorobku naukowego autora rozprawy.

Abstract

This thesis is devoted to the issue of low-coherence optical fiber sensors. The main objective of research presented in this work was the assessment of the possibility of implementing low-coherence fiber-optic sensors for measurements of various physical quantities, especially under conditions of changing attenuation in the optical path. The dissertation contains a brief review of relevant optical fiber sensors. Results of analysis of the state of the art in methods of measuring refractive index and displacement using fiber-optic sensors are presented. An extrinsic Fabry-Pérot cavity placed at the end of a single-mode fiber was selected as the sensing interferometer, along with a low-coherence measurement system. The main part of the dissertation contains a detailed description of the developed structures of low-coherence fiber-optic sensors and experimental research aimed at investigating the possibility of using these structures to measure selected physical quantities, in particular, under conditions of signal attenuation changes in the optical path outside the measurement site and in quasi-distributed networks. Following, the conclusions are formulated based on presented results of research. Finally, selected publications are included as a part of the academic achievements of the author of the dissertation.



Spis treści

1. Wstęp	11
2. Cele i tezy pracy	17
3. Opracowane konstrukcje niskokoherencyjnych czujników światłowodowych wybranych wielkości fizycznych.....	19
3.1 Niskokoherencyjny czujnik światłowodowy do pomiaru współczynnika załamania i wartości przemieszczenia	25
3.2 Niskokoherencyjny czujnik światłowodowy do pomiaru temperatury wykorzystujący zmianę długości wnęki interferometru Fabry’ego-Pérota	27
3.3 Niskokoherencyjny czujnik światłowodowy do pomiaru temperatury wykorzystujący warstwę ZnO jako wnękę interferometru Fabry’ego-Pérota ..	28
4. Badania eksperymentalne	31
4.1 Badanie czujnika do pomiaru wartości współczynnika załamania.....	31
4.2 Badanie czujnika do pomiaru wartości przemieszczenia	36
4.3 Badanie czujników do pomiaru współczynnika załamania i przemieszczenia w warunkach zmian tłumienia sygnału w torze optycznym poza miejscem pomiaru	37
4.4 Badanie czujników do pomiaru temperatury w quasi-rozłożonej sieci niskokoherencyjnych czujników światłowodowych	42
5. Podsumowanie	53
6. Literatura.....	57
7. Opublikowane prace	65
8. Oświadczenia współautorów	135

Rozdział 1

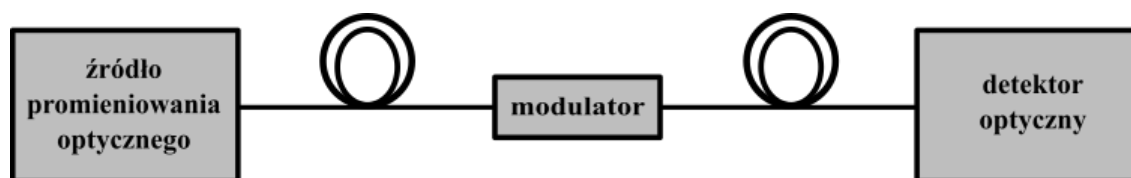
Wstęp

Pierwsze idee wykorzystania światłowodu włóknistego do pomiarów wybranych wielkości fizycznych (przesunięcia, położenia) pojawiły się w latach sześćdziesiątych ubiegłego wieku [1–4]. Z uwagi na bardzo duży współczynnik tłumienia ówczesnych światłowodów (rzędu 1000 dB/km), pierwsze czujniki światłowodowe pozwalały wykorzystywać względnie krótkie odcinki światłowodu (np. dwudziestometrowy odcinek światłowodu charakteryzował się 1% współczynnikiem transmisji). Dzięki pracom Charlesa K. Kao (za które w 2009 roku został uhonorowany Nagrodą Nobla) i jego współpracownika George'a A. Hockhama [5] na początku lat siedemdziesiątych zostały skonstruowane pierwsze światłowody o tłumienności mniejszej niż 20 dB/km, które początkowo znalazły zastosowanie w telekomunikacji, a kilka lat później również w czujnikach światłowodowych, mogących mierzyć wybrane wielkości z odległości nawet wielu kilometrów. Te możliwości sprawiły, że pod koniec lat siedemdziesiątych prowadzono wzmożone prace nad opracowaniem czujników umożliwiających pomiar różnych wielkości fizycznych: fali akustycznej, ciśnienia, temperatury, pola magnetycznego, prądu, przyspieszenia, poziomu cieczy, skręcenia, przesunięcia, etc. [6–19].

Obecnie czujniki światłowodowe stanowią konkurencję dla tradycyjnych czujników (np. elektrycznych wykorzystujących modulację prądu lub napięcia), szczególnie w warunkach, gdzie zastosowanie konwencjonalnych rozwiązań jest trudne lub nieefektywne. Czujniki światłowodowe posiadają wiele zalet wyróżniających je na tle tradycyjnych czujników, m.in. wysoką czułość, odporność na zakłócenia elektromagnetyczne oraz niewielkie wymiary geometryczne i niską wagę (1 kilometr standardowego światłowodu typu SMF-28 waży zaledwie 70 gram). Ponieważ nie płynie w nich prąd elektryczny, nie powodują ryzyka wystąpienia przepięcia lub iskry. Czujniki światłowodowe charakteryzują się wysoką odpornością na niesprzyjające warunki środowiskowe (substancje chemiczne, wysoka temperatura, etc.) oraz możliwością wykonania punktowych pomiarów w niebezpiecznych lub niedostępnych miejscach (kopalnie, szyby naftowe, linie wysokiego napięcia). Ponadto wywierają

znikomy wpływ na badane obiekty, są więc mało inwazyjne. Należy również podkreślić, że czujniki te umożliwiają pomiary rozproszone oraz, że są kompatybilne z systemami komunikacji światłowodowej, co stanowi ogromną przewagę nad konwencjonalnymi rozwiązaniami. Wszystkie te cechy czujników światłowodowych sprawiają, że są one z powodzeniem wykorzystywane w wielu dziedzinach nauki i przemysłu, m.in. w inżynierii biomedycznej, technologiach wojskowych i kosmicznych oraz energetyce [4, 20].

W czujnikach światłowodowych wykorzystuje się modulację promieniowania optycznego zachodzącą w odpowiedzi na zewnętrzne pobudzenie mierzoną wielkością. Czujnik światłowodowy w podstawowej konfiguracji składa się ze źródła promieniowania optycznego (lasera, diody elektroluminescencyjnej), światłowodu (jedno- lub wielomodowego), modulatora oraz detektora optycznego. Ogólny schemat budowy czujnika światłowodowego przedstawiono na rys. 1.1.



Rys. 1.1. Schemat blokowy czujnika światłowodowego.

Modulacja promieniowania optycznego może zachodzić wewnątrz światłowodu (czujniki z modulacją wewnętrzną) lub w elemencie podłączonym do toru światłowodowego, czyli w tzw. modulatorze właściwym (czujniki z modulacją zewnętrzną) [21]. Modulacji może podlegać natężenie promieniowania optycznego (czujniki natężeniowe), faza (czujniki interferometryczne), polaryzacja (czujniki polarymetryczne) lub częstotliwość (czujniki dopplerowskie). Jeżeli wykorzystywane jest promieniowanie niemonochromatyczne, a detekcja umożliwia pomiar wielkości optycznej (np. natężenia, fazy lub polaryzacji) podległej modulacji zależnej od częstotliwości fali, wtedy mamy do czynienia z czujnikami spektroskopowymi. Na przykład w czujnikach spektroskopowych fazowych wykorzystywana jest modulacja fazy promieniowania pochodzącego ze źródła zależnie od częstotliwości fali. W celu umożliwienia detekcji zmian fazy dokonywanej przez czujnik stosowane są interferometry, które zamieniają modulację fazy na modulację natężenia promieniowania optycznego. Takie rozwiązanie jest stosowane w światłowodowych czujnikach niskokoherencyjnych.

Czujniki światłowodowe można podzielić na dwa typy: punktowe i rozłożone. Czujniki punktowe umożliwiają pomiar konkretnej wartości w jednym, konkretnym punkcie. Jest to najczęściej wykorzystywany typ czujnika, zwłaszcza do pomiarów temperatury, przyspieszenia, ciśnienia oraz wielu innych wielkości fizycznych. Czujniki te mogą być ze sobą połączone w sieci umożliwiające pomiar w wielu oddalonych od siebie miejscach jednocześnie. Jeżeli czujniki łączone są jeden za drugim, otrzymujemy tzw. czujnik quasi-rozłożony, będący w istocie siecią czujników, którą dla uproszczenia będziemy nazywać dalej quasi-rozłożoną siecią. Ponadto, ponieważ są to czujniki z modulacją zewnętrzną, po zastosowaniu odpowiedniego modulatora każdy z czujników pracujących w sieci może być wykorzystywany do detekcji innej wielkości mierzonej. Innym typem czujników umożliwiającym pomiar w wielu punktach jednocześnie są czujniki rozłożone. W tym typie czujników modulacja promieniowania optycznego zachodzi jedynie wewnątrz światłowodu, a odpowiednie techniki detekcji (np. wykorzystujące reflektometrię) umożliwiają lokalizację miejsca, w którym sygnał uległ modulacji. Ich działanie opiera się na obserwacji zjawisk występujących w światłowodzie (np. rozproszenia Rayleigha, Ramana lub Brillouina) pod wpływem oddziaływania (punktowego lub rozłożonego) wielkości mierzonej w określonych miejscach wzdłuż toru światłowodu.

Czujniki światłowodowe poprzez możliwość wyboru jednego z wielu różnych zjawisk fizycznych wykorzystywanych w procesie modulacji promieniowania optycznego umożliwiają tym samym pomiar wielu różnych wielkości fizycznych. Na przykład zmiana współczynnika załamania światła lub przemieszczenia powoduje modulację fazy promieniowania. Współczynnik załamania światła jest jedną z podstawowych wielkości fizycznych opisujących właściwości optyczne materiałów. Parametr ten jest silnie zależny od składu materiału, zanieczyszczeń w nim występujących oraz zastosowanych domieszek. W wypadku heterogenicznych materiałów, np. próbek biologicznych, takich jak krew lub skóra, obserwuje się znaczną zmienność współczynnika załamania w zależności od części składowych badanego ośrodka [22, 23]. Tak więc obserwacja współczynnika załamania umożliwia wykrycie niewielkich zmian w strukturze i składzie badanego materiału. Istnieje wiele rodzajów materiałów, dlatego też często konieczne jest opracowanie nowych metod pomiaru współczynnika załamania lub dostosowanie tych już istniejących. Pomiary współczynnika załamania światła lub przemieszczenia pozwalają także na pośrednie określenie szerokiego

zakresu innych wielkości fizycznych, m.in. ciśnienia, temperatury, obecności oraz stężenia gazów i cieczy.

Istnieje wiele rodzajów czujników światłowodowych wykorzystujących modulację fazy i umożliwiających pomiar współczynnika załamania światła. Niektóre z nich wykorzystują światłowodowe siatki Bragga i ich modyfikacje takie jak długookresowe siatki Bragga (*long period gratings* – LPG) [24, 25] czy skośne siatki Bragga (*tilted fiber Bragg gratings* – T-FBG) [26]. W siatkach tych wykorzystywane jest zjawisko zmiany fazy promieniowania optycznego w funkcji długości fali między kolejnymi zaburzeniami współczynnika załamania światła światłowodu tworzących siatkę. Stosowanie tej klasy czujników umożliwia osiągnięcie progu czułości pomiaru w zakresie od 10^{-5} do 10^{-7} RIU (*refractive index unit*). Jednakże czujniki światłowodowe wykorzystujące światłowodowe siatki Bragga są niezwykle wrażliwe na zmiany temperatury i naprężenia, co sprawia że możliwości ich aplikacji są w pewnym stopniu ograniczone. Innym rodzajem czujników umożliwiających uzyskanie progu czułości pomiaru na poziomie 10^{-7} RIU są sensory pracujące w oparciu o mody szepczące (*whispering gallery modes*) [27–29]. Ich głównym ograniczeniem jest konieczność zastosowania bardzo złożonej struktury mikrorezonatora, co ogranicza potencjalną możliwość masowej, relatywnie taniej produkcji. W celu realizacji czujników światłowodowych wykorzystuje się również stożkowe włókna światłowodowe (*tapered fibers*) w połączeniu ze zjawiskiem powierzchniowego rezonansu plazmonowego (*surface plasmon resonance* – SPR) [30]. SPR jest szeroko stosowany w pomiarach współczynnika załamania ze względu na wysoki próg czułość (od 10^{-4} do 10^{-7} RIU) [31–33]. W tego typu czujnikach można zastosować złożoną, chemiczną funkcjonalizację materiału, co sprawia, że są wyspecjalizowane do bardzo specyficznych zastosowań (np. w detekcji patogenów). Wszystkie wspomniane czujniki wykorzystujące zmiany fazy charakteryzują się wysokim progiem czułości pomiaru współczynnika załamania światła znacznie wyższym niż światłowodowych czujników natężeniowych (np. wykorzystujących zgięte w kształt U światłowody wielomodowe). Sprawia to, że wiąże się z nimi duże nadzieje w zastosowaniach biomedycznych, gdzie możliwość pomiaru bardzo małych zmian współczynnika załamania światła jest bardzo pożądana.

Kolejną wielkością fizyczną, której pomiar umożliwiają czujniki światłowodowe, jest przemieszczenie. Pomiar przemieszczenia pozwala na określenie wymiarów badanego

obiektu – wysokości, grubości i szerokości, jak również określenia nawet najbardziej subtelnych zmian w geometrii. Czujniki tego typu stosuje się do pomiaru np. amplitudy i częstotliwości drgań [34], do obrazowania chropowatości powierzchni zęba [35] czy detekcji formowania się kamienia nazębnego [36]. Czujniki przemieszczenia mogą być realizowane m.in. poprzez zastosowanie różnych konfiguracji interferometrów światłowodowych [37, 38]. Czułość tych metod ograniczona jest przez krzyżowe oddziaływanie innych wielkości fizycznych (temperatura, naprężenie), jednakże poprzez zastosowanie odpowiedniej analizy możliwe jest odseparowanie składowych sygnału niosących informację o wartości mierzonej od sygnałów niepożądanych. Co więcej, w wypadku tego rodzaju czujników światłowodowych proces ich wytwarzania jest często bardzo skomplikowany i kosztowny. Do określenia wartości przemieszczenia stosuje się również światłowodowe siatki Bragga [39, 40] współpracujące z reflektometrami optycznymi pracującymi w dziedzinie czasu (*optical time domain reflectometer* – OTDR) [41–43]. Istnieje też wiele rozwiązań czujników światłowodowych do pomiaru przemieszczeń, które nie wykorzystują modulacji fazy (natężeniowe światłowodowe czujniki odbiciowe, czujniki mikrogięciowe ze światłowodami Herga, czujniki wykorzystujące zmiany współczynnika sprężenia między światłowodami i inne [44–49]). Nie są one jednak tak czułe, jak czujniki fazowe.

Większość stosowanych czujników światłowodowych nie jest odporna na przypadkowe, trudne do wyeliminowania zmiany tłumienia sygnałów optycznych w światłowodach spowodowanych m.in. ich zgięciami, zmianami temperatury, procesami degradacji itp. Dlatego czujniki te mogą być stosowane przy pomiarach z wykorzystaniem krótkich odcinków światłowodów (rzędu do kilku metrów), gdzie stosunkowo łatwo można ograniczyć wpływ niekorzystnych czynników zewnętrznych. Natomiast kiedy miejsce pomiaru jest znacznie oddalone od urządzenia analizującego sygnał, konieczna jest konwersja optycznych sygnałów z czujników na inną postać (najczęściej cyfrową), umożliwiającą dalsze ich przesyłanie (najczęściej za pomocą sygnałów elektrycznych lub radiowych) do miejsca analizy. Wadą tego rozwiązania jest potrzeba stosowania dodatkowych konwerterów i ich zdalnego zasilania. Innym rozwiązaniem jest zastosowanie złożonych, często zawodnych metod umożliwiających kompensację wpływu zmian tłumienia światłowodów poza miejscem, w którym dokonywany jest pomiar (np. poprzez zastosowanie kilku długości fali lub dodatkowych,



kompensujących torów światłowodowych). Rozwiązania tego typu bardzo utrudniają budowę złożonych sieci czujników światłowodowych.

W systemach pomiarowych wykorzystujących czujniki światłowodowe bardzo częstym problemem są zakłócenia wnoszone przez zmiany tłumienia światłowodów poza miejscem pomiarów. Istnieje niewiele typów czujników światłowodowych odpornych na ten typ zakłóceń. Należą do nich czujniki wykorzystujące zmiany czasu zaniku fluorescencji oraz czujniki wykorzystujące zmiany widma sygnału optycznego. Do tej ostatniej grupy należą niskokoherencyjne czujniki światłowodowe. Charakteryzują się one małymi wymiarami elementów zmieniających widmo promieniowania optycznego (ich grubość może być nawet mniejsza niż $0,5 \mu\text{m}$), wysoką rozdzielczością, czułością i dynamiką pomiaru. W porównaniu z czujnikami wykorzystującymi promieniowanie spójne, umożliwiają one bezpośrednio pomiar absolutnych wartości wielkości mierzonych. Niskokoherencyjne czujniki światłowodowe bezpośrednio reagujące na zmianę długości drogi optycznej zmianą fazy w zależności od długości fali mogą być zatem wykorzystywane bezpośrednio do pomiaru dyspersji współczynnika załamania światła nieznanymi substancjami odległości czy grubości warstwy, a pośrednio wszystkich tych wielkości, które mogą zmienić długość drogi optycznej, np. do pomiaru zmian stężeń roztworów, temperatury, przemieszczeń, ciśnienia, nacisku, drgań itd., a także wykrywania czynników chorobotwórczych (przez czujniki posiadające odpowiednio sfunkcjonalizowane powierzchnie).

W ostatnich latach, w związku z pojawieniem się źródeł o małej koherencji czasowej, ale dużej koherencji przestrzennej pozwalających przez to współpracować ze światłowodami jednomodowymi (źródła SLD, superkontinuum, lasery przestrajalne), możliwości wykorzystania światłowodowych czujników niskokoherencyjnych do pomiarów różnych wielkości fizycznych znacznie się zwiększyły. Dzięki wykorzystaniu niskokoherencyjnych źródeł światła możliwa jest analiza sygnału pomiarowego w dziedzinie widma, co sprawia, że wpływ zmian tłumienia sygnału w torze optycznym poza miejscem pomiaru na dokładność pomiaru może zostać mocno zredukowany.

Biorąc pod uwagę powyższe zalety, czujniki niskokoherencyjne są głównym obiektem zainteresowań autora pracy.

Rozdział 2

Cele i tezy pracy

Obiektem badań przeprowadzonych podczas realizacji pracy były niskokoherencyjne czujniki światłowodowe. Badania miały na celu ocenę możliwości zaimplementowania tego typu czujników, a także sieci tych czujników, do pomiaru różnych wielkości fizycznych z uwzględnieniem warunków zmieniającego się tłumienia sygnału w torze optycznym. Ten typ czujników został w ostatnich latach zdominowany przez czujniki wykorzystujące modulację fazy fali zanikającej w badanym ośrodku powstającej wzdłuż światłowodu. Stosuje się tu interferencję fal powstałych w wyniku oddziaływania promieniowania optycznego z krótko- i długookresowymi siatkami Bragga lub interferencję międzymodową modu propagującego w rdzeniu i modu propagującego w płaszczu światłowodu, będącego źródłem fali zanikającej.

W pracy zaproponowano rzadziej spotykane rozwiązanie niskokoherencyjnego czujnika światłowodowego, jakim jest czujnik z zewnętrzną wnęką Fabry'ego-Pérota umieszczona na końcu światłowodu jednomodowego, podłączonego do niskokoherencyjnego układu pomiarowego. Doniesienia literaturowe na temat czujników wykorzystujących światłowodowe interferometry Fabry'ego-Pérota są nadal dość nieliczne, dlatego badania przedstawione w rozprawie mają w dużej mierze charakter badań podstawowych. Opracowanie nowych konstrukcji światłowodowych interferometrów Fabry'ego-Pérota dla interferometrii niskokoherencyjnej ma duże znaczenie praktyczne dla rozwoju nowych klas światłowodowych czujników umożliwiających pomiar wielopunktowych. Na wybór czujników wykorzystujących światłowodowe interferometry Fabry'ego-Pérota zdecydowano się także ze względu na możliwość konstruowania czujników o znacznie mniejszych wymiarach niż czujniki wykorzystujące siatki Bragga lub interferencję międzymodową.

Mając na względzie powyższe, sformułowano następujące cele rozprawy:

1. Opracowanie i walidacja niskokoherencyjnych czujników światłowodowych wybranych wielkości fizycznych.

2. Wykazanie przydatności tak skonstruowanych czujników do pomiarów wielkości fizycznych w warunkach niekorzystnych zmian tłumienia sygnału w torze optycznym poza miejscem pomiaru.

3. Wykazanie możliwości realizacji quasi-rozłożonej sieci niskokoherencyjnych czujników światłowodowych wybranych wielkości fizycznych.

Realizacja tych celów pozwoliła na zweryfikowanie następujących tez rozprawy:

1. Interferometria niskokoherencyjna umożliwia konstrukcję czujnika pracującego w warunkach zmiany tłumienia sygnału w torze optycznym poza miejscem pomiaru.

2. Interferometria niskokoherencyjna umożliwia realizację quasi-rozłożonych sieci czujnikowych.

Wyniki badań eksperymentalnych mających na celu weryfikację tez rozprawy zostały opublikowane w uznanych czasopismach o zasięgu międzynarodowym. Treści artykułów zostały załączone do rozprawy.

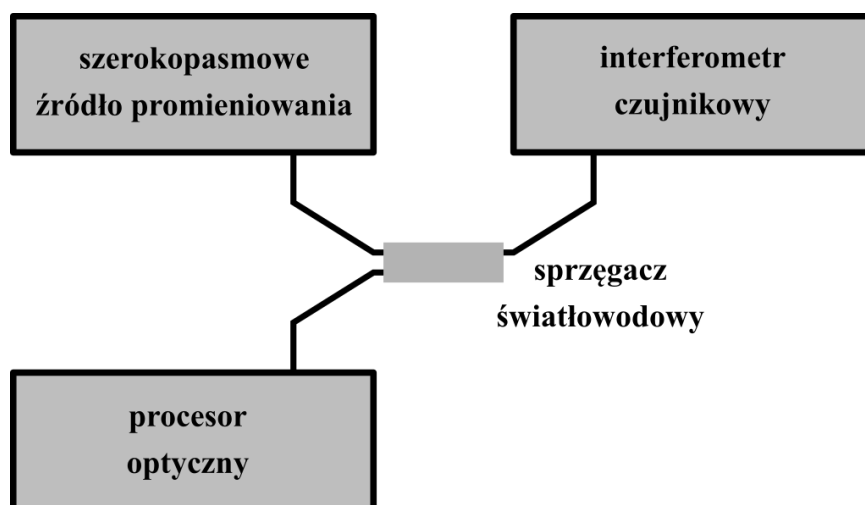
Rozdział 3

Opracowane konstrukcje niskokoherencyjnych czujników światłowodowych wybranych wielkości fizycznych

Niskokoherencyjne czujniki światłowodowe pracują w układach pomiarowych, w których podstawowymi komponentami są: szerokopasmowe źródło promieniowania optycznego, interferometr czujnikowy, procesor optyczny i światłowód łączący interferometr czujnikowy z pozostałymi komponentami czujnika. W konfiguracji odbiciowej interferometru czujnikowego występuje dodatkowo sprzęgacz światłowodowy, umożliwiający doprowadzenie sygnału optycznego ze źródła do interferometru czujnikowego oraz odprowadzenie sygnału z tego interferometru do procesora optycznego pojedynczym światłowodem (schemat blokowy takiego układu przedstawiono na rys. 3.1.); w konfiguracji transmisyjnej doprowadzenie sygnału do i odprowadzenie sygnału z interferometru odbywa się dwoma światłowodami i w takim wypadku występowanie w układzie sprzęgacza światłowodowego nie jest konieczne. W pracy wykorzystano czujniki w konfiguracji odbiciowej. W wypadku układu pomiarowego wykorzystującego więcej niż jeden interferometr czujnikowy (np. w sieci czujników tworzących quasi-rozłożoną sieć) układ pomiarowy może mieć bardziej złożoną budowę. Przykład takiej sieci został opisany w dalszej części pracy w punkcie 4.4.

Podczas projektowania układu pomiarowego, oprócz starannego doboru jego komponentów, istotne jest zastosowanie odpowiedniej metody analizy sygnału w celu uzyskania informacji na temat wartości mierzonej. Czujniki wykorzystujące analizę sygnału pomiarowego w dziedzinie widma optycznego są praktycznie niewrażliwe na zmiany tłumienia, o ile poziom sygnału optycznego odbieranego przez procesor optyczny jest znacznie większy od poziomu szumów oraz gdy w torze optycznym łączącym interferometr czujnikowy z pozostałymi komponentami układu pomiarowego nie występują duże zmiany współczynnika tłumienia w funkcji długości fali (jeżeli takie

zmiany występują, wrażliwość na zmiany może być znacznie zredukowana poprzez wykorzystanie odpowiednich algorytmów przetwarzania sygnałów).



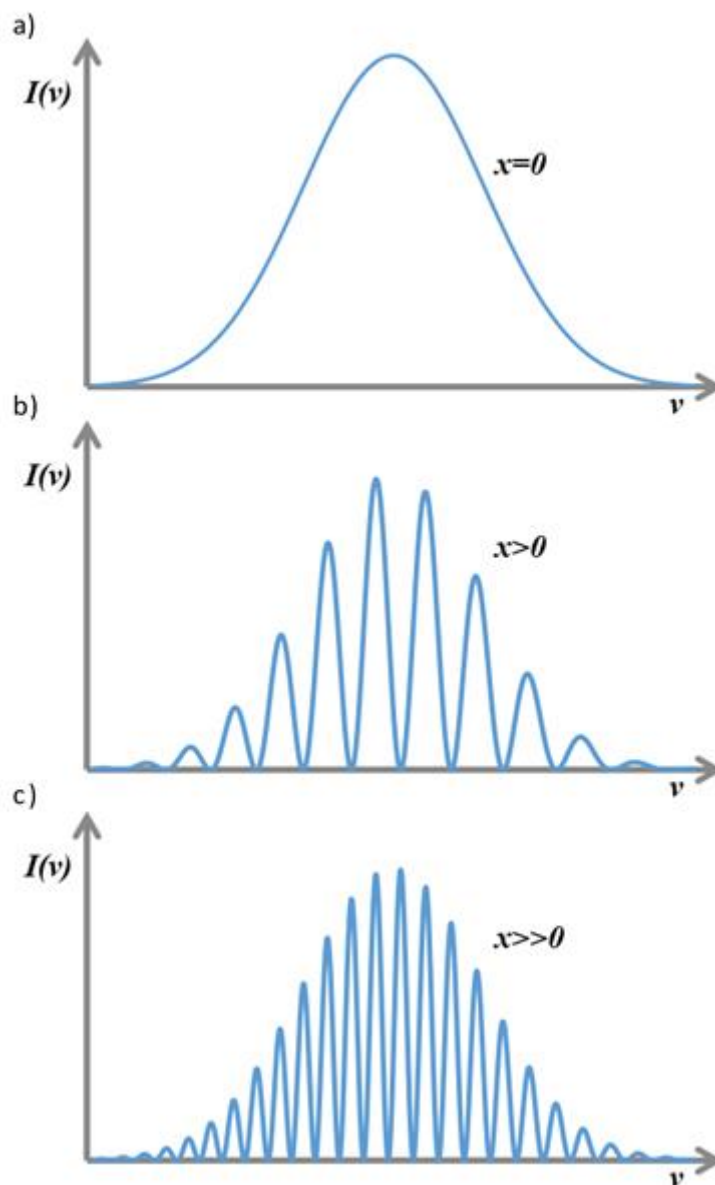
Rys. 3.1. Schemat blokowy niskokoherencyjnego układu pomiarowego wykorzystującego interferometr czujnikowy pracujący w konfiguracji odbiciowej.

W analizie widmowej informacja o zmierzonej wartości zawarta jest przede wszystkim w częstotliwości, z jaką modulowana jest gęstość widmowa w funkcji częstotliwości fali mocy promieniowania optycznego docierającego do procesora optycznego. Czasami w układzie pomiarowym mierzone mogą być również inne parametry sygnału – np. głębokość modulacji widma lub faza funkcji opisującej modulację widma [50]. Jeżeli pod wpływem zmian wielkości mierzonej zmienia się wartość różnicy długości dróg optycznych (albo długość optyczna wnęki optycznej – w wypadku wykorzystania interferometru Fabry’ego-Pérot) x , jakie pokonuje promieniowanie w ramionach interferometru czujnikowego, wówczas interferometr ten zmienia widmo sygnału optycznego – odległość pomiędzy sąsiednimi prążkami widmowymi (sąsiednimi maksimumami) w widmie jest z dobrym przybliżeniem odwrotnie proporcjonalna do x , tak że wzrost x powoduje wzrost liczby prążków widmowych (patrz rys. 3.2), co jest szczególnie widoczne w analizie transmisji interferometru [51, 52]. Ścisła analiza zjawisk fizycznych mających wpływ na widmo wyjściowego sygnału optycznego z czujnika prowadzi do wniosku, że na położenie prążków widmowych niewielki wpływ ma również charakterystyka widmowa tłumienia sygnału w światłowodach doprowadzających i odprowadzających sygnał optyczny z interferometru czujnikowego, efekt Gouy’a, jeżeli wykorzystujemy interferometr Fabry’ego-Pérot pobudzany bezpośrednio wiązką wychodzącą z czoła światłowodowego itp. – zjawiska te mogą spowodować przesunięcia fazy funkcji opisującej obwiednię mierzonego widma;

pierwsza pochodna tych zmian w funkcji częstotliwości fali jest dodatkowym czynnikiem, który wprowadza dodatkowe, niewielkie przesunięcie maksimum prążków widmowych, a druga pochodna – na odległość pomiędzy sąsiednimi prążkami widmowymi.

Jak można zaobserwować na rys. 3.2, wzrost liczby prążków widmowych przekłada się na zmniejszenie ich szerokości widmowej, co ma też wpływ na położenie maksimum centralnej linii. Co istotne, zmiana natężenia sygnału pomiarowego spowodowana zmianą tłumienia toru światłowodowego poza interferometrem czujnikowym nie ma większego wpływu na położenie maksimum kolejnych prążków widmowych sygnału pomiarowego (tj. sygnału docierającego do procesora optycznego), jeżeli tylko tłumienie to jest funkcją wolnozmienną w funkcji częstotliwości (a ściślej, jeżeli względne zmiany tego tłumienia są bardzo małe przy zmianie częstotliwości równej szerokości spektralnej prążków widmowych).

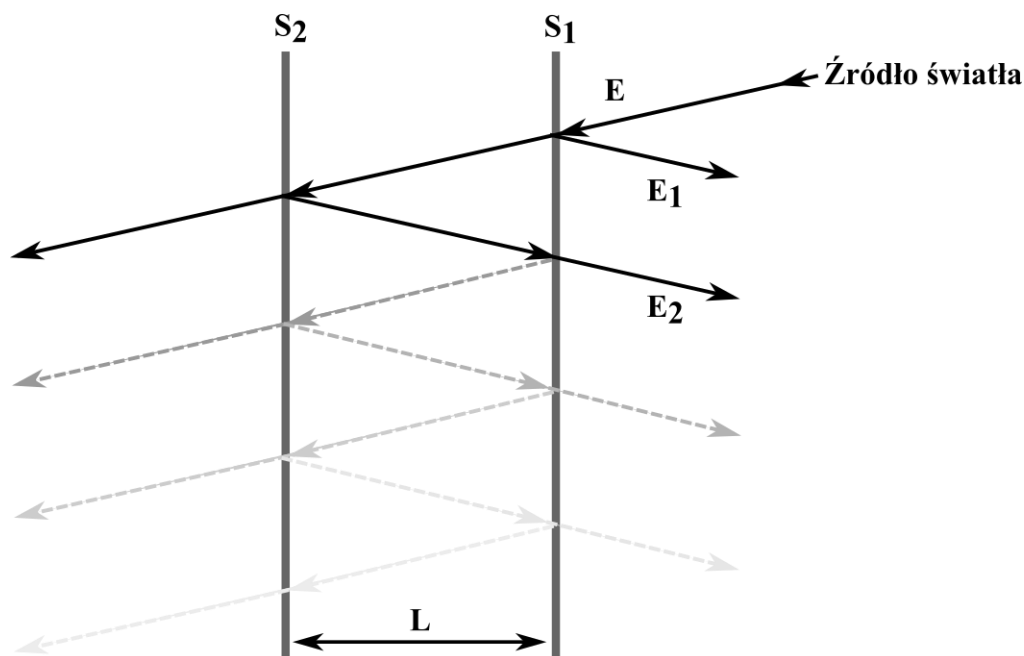
Analiza sygnału pomiarowego w dziedzinie widma optycznego została wykorzystana w opracowanych przez autora niskokoherencyjnych czujnikach światłowodowych przeznaczonych do pracy w warunkach zmieniającego się tłumienia sygnału w torze optycznym poza interferometrem czujnikowym. Jako interferometr czujnikowy zastosowano zewnętrzny interferometr Fabry’ego-Pérota pracujący w trybie odbiciowym. Jeżeli długość wnęki tego interferometru jest na tyle mała, że można zaniedbać wpływ zjawiska dyfrakcji wiązki wychodzącej z czoła światłowodu, wówczas modulacja widma promieniowania optycznego przez ten interferometr będzie taki sam jak przez konwencjonalny interferometr Fabry’ego-Pérota (rys. 3.3), na który pada prostopadle fala płaska. Interferometr taki zbudowany jest ze źródła promieniowania optycznego, dwóch półprzepuszczalnych, ustawionych równolegle do siebie zwierciadeł oraz ekranu umożliwiającego obserwację prążków widmowych. Interferencja zachodzi wskutek podziału amplitudy sygnału optycznego [53].



Rys. 3.2. Model sygnału pomiarowego w dziedzinie widma optycznego, gdy: a) długość optyczna wnęki Fabry’ego-Pérot’a x jest równa zero; b) x jest niewiele większa od zera (a bardziej precyzyjnie x jest kilka razy większe od $c/(2 \cdot \Delta\nu_L)$); c) x jest znacznie większa od zera ($x \gg c/(2 \cdot \Delta\nu_L)$), gdzie c jest prędkością światła w próżni, a $\Delta\nu_L$ jest szerokością widmową promieniowania emitowanego przez źródło.

Interferometr Fabry’ego-Pérot’a jest interferometrem wielowiązkowym. Jeżeli pada na niego prostopadle fala płaska, wówczas natężenie fali transmitowanej przez i odbitej od interferometru opisywane jest dobrze znanymi wzorami Airy’ego [54]. Jednakże w wypadku czujników światłowodowych z zewnętrznym interferometrem Fabry’ego-Pérot’a całkowity udział zwielokrotnionych wiązek wewnątrz wnęki interferometru jest w większości wypadków niewielki (mniej niż 0,1%) ze względu na niski współczynnik odbicia promieniowania optycznego na granicy czoło światłowodu i wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot’a, dużego tłumienia promieniowania optycznego

wewnątrz wnęki interferometru lub niewielkiego współczynnika sprzężenia między falą odbitą od drugiego zwierciadła interferometru a modem podstawowym światłowodu [50]. W takim wypadku w analizie sygnału można zastosować aproksymację dwuwiązkową, co przedstawiono na rys. 3.3.



Rys. 3.3. Działanie interferometru Fabry’ego-Pérot’a w przybliżeniu dwuwiązkowym.

Na rys. 3.3 zwierciadła interferometru oznaczono jako powierzchnie S_1 i S_2 , L jest odległością, w jakiej zwierciadła są ustawione względem siebie, E jest wiązką promieniowania optycznego padającą na wnękę interferometru, natomiast E_1 i E_2 są wiązkami odbitymi kolejno od zwierciadeł S_1 i S_2 .

Zastosowanie interferometru Fabry’ego-Pérot’a w połączeniu z niskokoherencyjnym układem pomiarowym umożliwia pomiar długości drogi optycznej wiązki promieniowania optycznego wewnątrz wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot’a. Konsekwencją zmiany drogi optycznej jest zmiana różnicy faz interferujących wiązek o amplitudach E_1 i E_2 . Skutkuje to zmianą częstotliwości modulacji widma sygnału pomiarowego [20, 55]:

$$I_{\text{out}} = \langle EE^* \rangle, \quad (3.1)$$

gdzie E jest sumą amplitud interferujących wiązek $E = E_1 + E_2$, $\langle \cdot \rangle$ oznacza uśrednienie po czasie, a $*$ oznacza wartość zespoloną sprzężoną.

Znając charakterystykę widmową mocy źródła promieniowania, można obliczyć rozkład widmowy mocy promieniowania odbitego od interferometru:

$$I_{\text{out}}(\nu) = S(\nu)[1 + V_0 \cos(\Delta\varphi(\nu))], \quad (3.2)$$

gdzie ν jest częstotliwością, $S(\nu)$ jest rozkładem widma mocy źródła światła, V_0 określa widzialność prążków widmowych, $\Delta\varphi$ jest różnicą fazy interferujących wiązek, którą można opisać zależnością [56]:

$$\Delta\varphi = 2\pi\nu \frac{\delta}{c}, \quad (3.3)$$

gdzie c jest prędkością światła w próżni, δ jest drogą optyczną wynoszącą [56]:

$$\delta = 2\Delta n \Delta L, \quad (3.4)$$

gdzie: Δn jest zmianą współczynnika załamania ośrodka wewnątrz wnęki interferometru Fabry'ego-Pérot'a, ΔL jest zmianą długości wnęki interferometru Fabry'ego-Pérot'a.

Jak można wnioskować z równań (3.1–3.4) długość drogi optycznej jest ściśle związana ze współczynnikiem załamania wewnątrz wnęki interferometru Fabry'ego-Pérot'a oraz z jej długością. Tak więc, poprzez pomiar odległości pomiędzy prążkami widmowymi i położenia prążka centralnego, możliwe jest określenie współczynnika załamania przy znanych wymiarach wnęki Fabry'ego-Pérot'a. Analogicznie, znając współczynnik załamania wewnątrz wnęki, można określić jej długość.

Dokładniejszą analizę pracy czujnika światłowodowego z zewnętrznym interferometrem Fabry'ego-Pérot'a pracującym w trybie odbiciowym przedstawiono w publikacji [50]. Uwzględniono w niej wpływ zjawiska dyfrakcji wiązki wewnątrz wnęki interferometru, a w szczególności wpływ efektu Gouy'a i zmiany długości wiązki na współczynnik sprzężenia między wiązką odbitą od interferometru a wiązką transmitowaną w modzie podstawowym światłowodu, a także charakterystykę widmową źródła promieniowania. W oparciu o tę analizę można na podstawie pomierzonego widma sygnału optycznego pochodzącego z czujnika bardzo dokładnie wyznaczyć długość optyczną wnęki Fabry'ego-Pérot'a (to jest z dokładnością ± 12 nm, przy rozdzielczości ± 1 nm). Zastosowanie tej metody w dalszych badaniach [57] pozwoliło również wyznaczyć współczynnik załamania różnych substancji z dokładnością $\pm 10^{-5}$ RIU i rozdzielczością $\pm 10^{-6}$ RIU, a także współczynnik absorpcji badanej substancji z dokładnością $\pm 0.015 \text{ mm}^{-1}$. Przedstawione w pracach [50, 57]

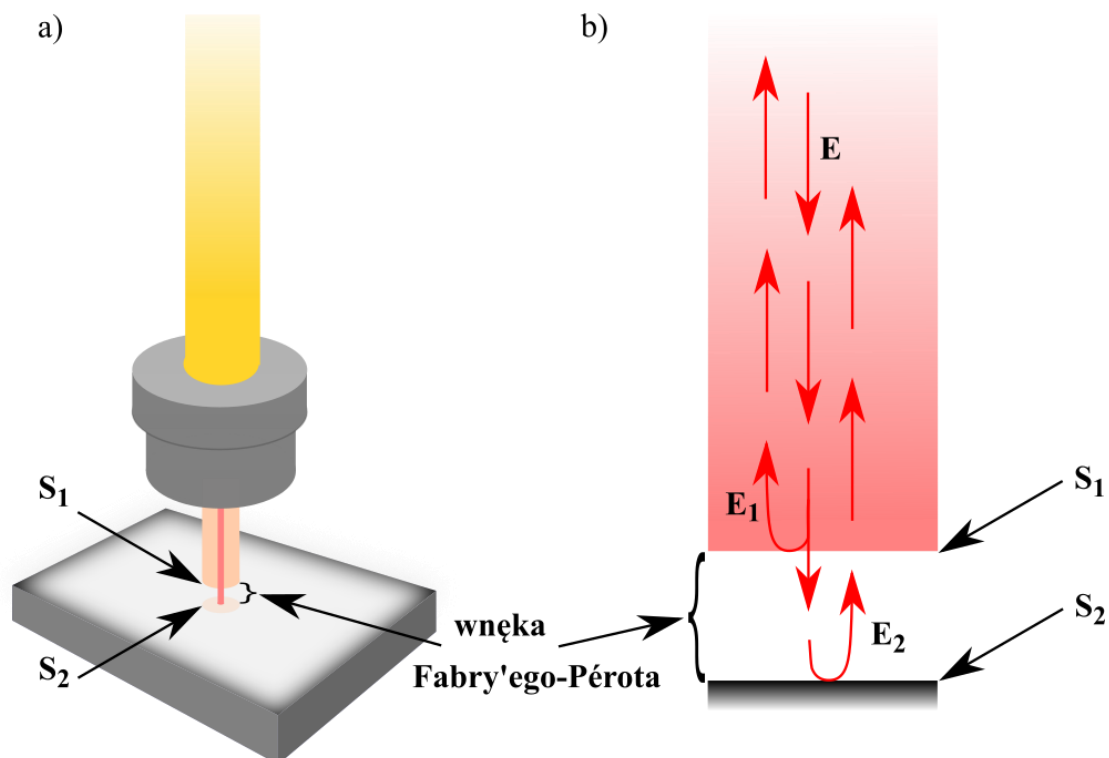
metody wymagały jednak bardzo pracochłonnych algorytmów obróbki danych pomiarowych opartych na metodach optymalizacyjnych. Jeżeli w systemach pomiarowych wykorzystujących niskokoherencyjne czujniki światłowodowe z zewnętrznym interferometrem Fabry’ego-Pérota nadrzędnym parametrem jest duża szybkość działania, znacznie wygodniejsza jest metoda analizy danych pomiarowych w oparciu o przybliżenie dwuwiązkowe. Taka metoda była głównie wykorzystywana przez autora w badaniach opracowywanych konstrukcji czujników wykorzystujących niskokoherencyjne interferometry Fabry’ego-Pérota w konfiguracji światłowodowej. W ramach realizacji pracy, opracowano trzy takie konstrukcje. Zostały one opisane w punktach 3.1–3.3.

3.1 Niskokoherencyjny czujnik światłowodowy do pomiaru współczynnika załamania i wartości przemieszczenia

Opracowany w ramach pracy czujnik przedstawiono na rys. 3.1.1a. W tej konstrukcji jednym ze zwierciadeł interferometru Fabry’ego-Pérota jest powierzchnia S_1 będąca wypolerowanym czołem jednomodowego włókna światłowodowego zakończonego złączem typu FC/PC (FC – *Ferrule Connector*, PC – *Physical Contact*). Drugim zwierciadłem jest powierzchnia S_2 , która w zależności od konstrukcji czujnika może być lustrem z powierzchnią metaliczną (np. wykonaną ze srebra), czołem innego światłowodu lub innym odbijającym materiałem.

Na rys. 3.1.1b przedstawiono propagację sygnału optycznego wewnątrz światłowodu oraz wnęki interferometru. Jak można zaobserwować, wiązka promieniowania E ulega podziałowi na powierzchni S_1 , w wyniku czego powstają interferujące ze sobą wiązki E_1 oraz E_2 . Różnica faz interferujących wiązek E_1 oraz E_2 jest zależna od odległości pomiędzy powierzchniami S_1 i S_2 tworzącymi wnękę interferometru oraz od współczynnika załamania ośrodka wewnątrz wnęki. Włókno światłowodowe w złączu FC/PC jest pozycjonowane względem powierzchni S_2 przez specjalnie zaprojektowany układ mikromechaniczny, a długość wnęki Fabry’ego-Pérota jest kontrolowana za pomocą śruby mikrometrycznej. Możliwość wykorzystania podczas pomiarów różnorodnych powierzchni S_2 pozwala na optymalizację parametrów metrologicznych czujnika w zależności od rodzaju badanej próbki (a w szczególności od zakresu mierzonego współczynnika załamania), co szczegółowo opisano w publikacji:

„Application of thin diamond films in low-coherence fiber-optic Fabry P erot displacement sensor” [58] (pe en tekst publikacji na stronie 67).



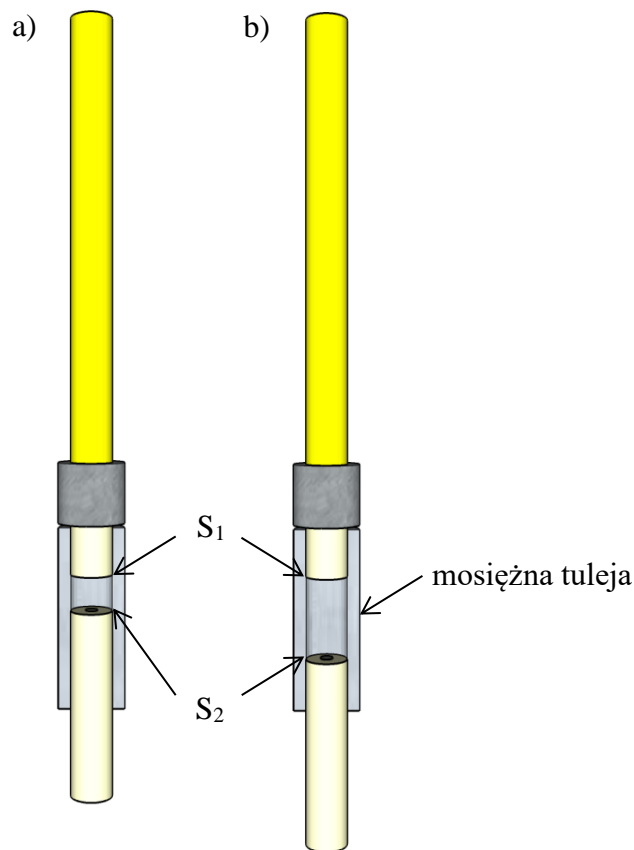
Rys. 3.1.1 Niskokoherencyjny czujnik  wiat owodowy z interferometrem Fabry'ego-P erota: a) g owica pomiarowa; b) propagacja wi zki promieniowania wewn trz wn eki interferometru.

Opracowana konstrukcja czujnika nie wymaga skomplikowanej procedury wytwarzania, poniewa  wykorzystuje komercyjnie dost epne komponenty. Wpływa to pozytywnie na czas i koszty produkcji. Jest to cecha wy r niaj ca na tle innych opisywanych w literaturze rozwi zań, kt ore cz esto wymagaj  specjalnie wyprodukowanych w łkien  wiat owodowych (np. sto kowych, powlekanych, mikrostrukturalnych, sfunkcjonalizowanych chemicznie) [59–66]. Ponadto otwarta budowa wn eki Fabry'ego-P erota jest solidna,  atwa do czyszczenia i umo liwia modyfikacj  dla r o nych potrzeb zwi zanych z morfologią pr bki. Nieskomplikowana budowa tego czujnika umo liwia relatywnie prost  miniaturyzacj .

W celu sprawdzenia poprawno ci dzia ania opracowanego niskokoherencyjnego czujnika  wiat owodowego do pomiaru wsp łczynnika za amania i przemieszczenia przeprowadzono eksperymenty, kt orych wyniki opisano w punktach 4.1–4.3.

3.2 Niskokoherencyjny czujnik światłowodowy do pomiaru temperatury wykorzystujący zmianę długości wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot

Kolejnym skonstruowanym i przebadanym czujnikiem jest niskokoherencyjny czujnik światłowodowy do pomiaru temperatury wykorzystujący zmianę długości wnęki. Głowicę pomiarową czujnika przedstawiono na rys. 3.2.1.



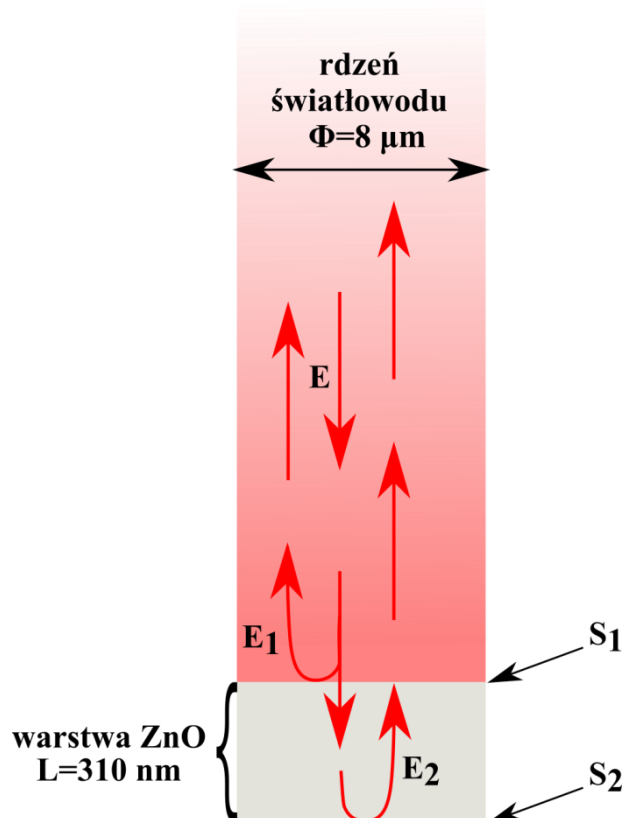
Rys. 3.2.1. Głowica pomiarowa światłowodowego czujnika temperatury, gdzie: a) szerokość wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot $L_1 > 0$; b) szerokość wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot $L_2 > L_1$.

Podobnie jak w wypadku czujnika opisanego w punkcie 3.1, w konstrukcji przedstawionej na rys. 3.2.1 jednym ze zwierciadeł interferometru Fabry’ego-Pérot jest powierzchnia S_1 będąca wypolerowanym czołem jednomodowego włókna światłowodowego SMF-28 zakończonym złączem typu FC/PC. Drugim zwierciadłem, jest powierzchnia czołowa S_2 , włókna światłowodowego SMF-28 umieszczonego w płasko spolerowanej ferruli. Powierzchnia S_1 jest precyzyjnie pozycjonowana względem powierzchni S_2 dzięki zastosowaniu mosiężnej tulei. Co istotne, długość wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot pomiędzy S_1 i S_2 może być w prosty sposób

zmieniana poprzez rozsuwanie lub zbliżanie obu powierzchni względem siebie. Najważniejszą zaletą takiej konstrukcji czujnika jest to, że może on zostać wykorzystany w czujniku quasi-rozłożonym tworzącym sieć czujników punktowych, dzięki prostej metodzie adresowania czujników poprzez ustawienie różnych wartości długości wnęki. Ponadto, tak jak w wypadku czujnika opisanego w punkcie 3.1, konstrukcja ta nie wymaga specjalistycznego i często kosztownego przygotowania włókna światłowodowego, tylko pozwala na wykorzystanie komercyjnie dostępnych kabli i sprzęgaczy światłowodowych. Opracowana konstrukcja niskokoherencyjnego czujnika światłowodowego do pomiaru temperatury wykorzystującego zmianę długości wnęki została wykorzystana w quasi-rozłożonej sieci. Wyniki badań eksperymentalnych przedstawiono w punkcie 4.4.

3.3 Niskokoherencyjny czujnik światłowodowy do pomiaru temperatury wykorzystujący warstwę ZnO jako wnękę interferometru Fabry'ego-Pérot

Poza konstrukcjami opisanymi w poprzednich punktach, w ramach realizacji pracy opracowano konstrukcję czujnika umożliwiającego precyzyjny, punktowy pomiar temperatury. Do opracowania tego czujnika wykorzystano komercyjnie dostępny światłowód typu SMF-28, na którego czołowej części naniesiono warstwę ZnO – tlenku cynku o grubości $L=310$ nm. Schemat głowicy pomiarowej przedstawiono na rys. 3.3.1. W wypadku tej konstrukcji zwierciadło S_1 stanowi powierzchnia czołowa włókna światłowodowego, natomiast zwierciadło S_2 tworzy granica warstwy ZnO z powietrzem. Wiązka promieniowania optycznego E ulega podziałowi na powierzchni S_1 w sposób analogiczny, jak w czujniku opisanym w podrozdziale 3.1 – powstają dwie interferujące ze sobą wiązki E_1 oraz E_2 . Ponieważ współczynnik rozszerzalności termicznej ZnO jest bardzo mały – mniejszy od 1 ppm/°C dla temperatury pokojowej i rośnie do 4 ppm/°C lub 6 ppm/°C (w zależności od kierunku osi kryształu ZnO) w temperaturze 400°C [67], zmiany długości drogi optycznej, którą przebywa wiązka E_2 , wynikające ze zmiany temperatury zależą głównie od zmiany współczynnika załamania warstwy. Ponieważ wartość tego współczynnika silnie zależy od temperatury, istnieje zatem silna zależność pomiędzy temperaturą otoczenia czujnika a odległością pomiędzy prążkami widmowymi.



Rys. 3.3.1. Głowica pomiarowa niskokoherencyjnego czujnika światłowodowego do pomiaru temperatury wykorzystującego warstwę ZnO jako wnękę interferometru Fabry’ego-Pérot.

Warstwa ZnO została naniesiona metodą ALD (*atomic layer deposition*) na część czołową światłowodu w ramach współpracy z francuskim ośrodkiem Institut Européen des Membranes, Université Montpellier. Proces wytwarzania i charakteryzacji warstwy ZnO został szczegółowo przedstawiony w publikacji „*ALD thin ZnO layer as an active medium in a fiber-optic Fabry-Perot interferometer*” [68] (pełen tekst publikacji na stronie 77).

Opracowana konstrukcja czujnika charakteryzuje się niewielkimi wymiarami i niską wagą – rozmiar interferometru czujnikowego ograniczony jest do wymiarów światłowodu SMF-28 bez pokrycia ($\Phi=125 \mu\text{m}$) i grubości warstwy ZnO. Te cechy sprawiają, że czujnik może być z powodzeniem wykorzystywany do pomiaru temperatury w trudno dostępnych miejscach (np. w zawaliskach). Badania eksperymentalne z wykorzystaniem tej konstrukcji czujnika przedstawiono w punkcie 4.4.

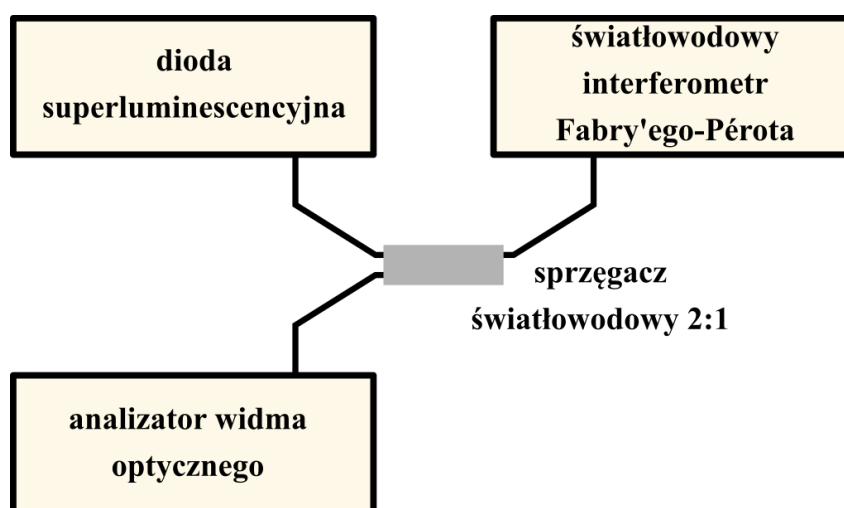
Rozdział 4

Badania eksperymentalne

W celu weryfikacji tez rozprawy przeprowadzono szereg testów w układach pomiarowych wykorzystujących konstrukcje opisane w rozdziale 3. Punkty 4.1–4.4 zawierają szczegółowe informacje na temat przeprowadzonych eksperymentów.

4.1 Badanie czujnika do pomiaru wartości współczynnika załamania

Badania miały na celu stwierdzenie, czy opracowana konstrukcja niskokoherencyjnego czujnika światłowodowego wykorzystującego interferometr Fabry'ego-Pérotta może zostać zaimplementowana do pomiaru wartości i dyspersji współczynnika załamania. W trakcie eksperymentu badano wpływ współczynnika załamania cieczy umieszczonej wewnątrz interferometru czujnikowego na odległość pomiędzy prążkami widmowymi δ . Pomiary zrealizowano w niskokoherencyjnym układzie pomiarowym, którego schemat blokowy przedstawiono na rys. 4.1.1.



Rys. 4.1.1. Schemat blokowy niskokoherencyjnego układu do pomiaru wartości współczynnika załamania.

W układzie jako źródła promieniowania optycznego zastosowano diody superluminescencyjne (SLD – *superluminescent diode*) o czterech różnych środkowych

długościach fali λ . Najważniejsze parametry źródeł SLD przedstawiono w tabeli 1. Konstrukcję czujnika światłowodowego opisano szczegółowo w rozdziale 3, w punkcie 3.1. Wszystkie elementy układu pomiarowego połączono jednomodowym sprzęgaczem światłowodowym 2:1 o współczynniku podziału sygnału 50:50. Sygnał pomiarowy rejestrowano za pomocą analizatora widma optycznego firmy Ando, model AQ6319, którego najważniejsze elementy specyfikacji przedstawiono w tabeli 2.

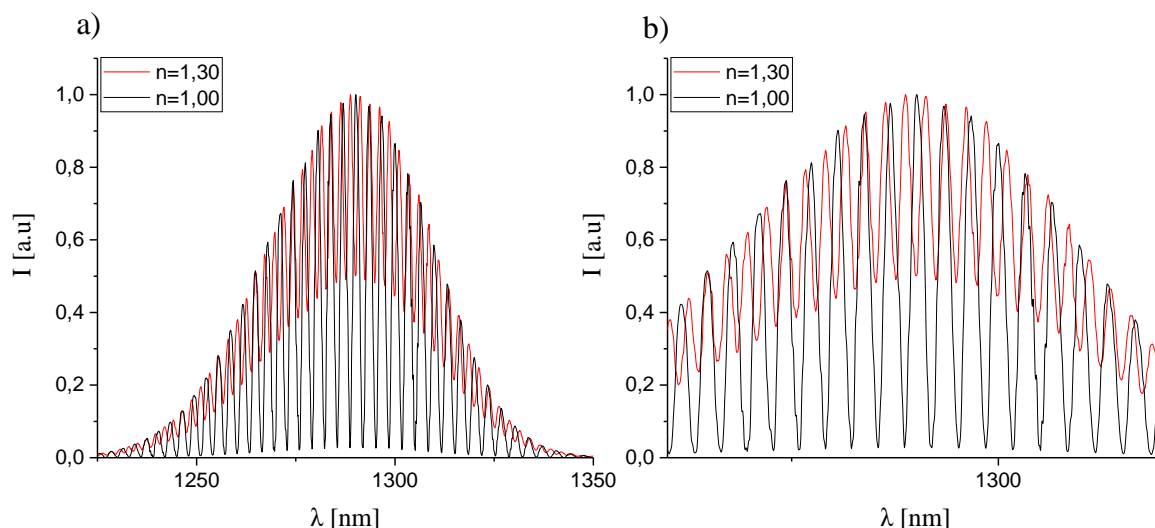
Tabela 1. Najważniejsze parametry zastosowanych w układzie pomiarowym źródeł superluminescencyjnych.

Typ źródła	λ [nm]	$\Delta\lambda$ [nm]	P_{\max} [mW]
SLD-381-MP3-DIL-SM-PD	810	20	3
SLD-481-MP3-DIL-SM-PD	970	35	1,5
Broadlighter SLD S-1300-G-I-20	1290	50	20
Broadlighter SLD S-1550-G-I-20	1550	45	10

Tabela 2. Skrócona specyfikacja analizatora widma optycznego AQ6319.

Cecha	Typ/wartość
Typ światłowodu	SM (9.5/125 μm), GI (50/125 μm)
Zakres długości fal	600÷1700 nm
Dokładność	± 10 pm (w zakresie 1520÷1580 nm), ± 20 pm (w zakresie 1450÷1520 nm), ± 20 pm (w zakresie 1580÷1620 nm), ± 50 pm (pełen zakres długości fali)
Dostępne rozdzielczości	0.01, 0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1 nm
Maksymalna moc wejściowa	+23 dBm
Zakres dynamiki	wysoki: 70 dB; normalny: 60 dB
Wymiary i masa	425 (W) mm \times 222 (H) mm \times 500 (D) mm, 33 kg

W trakcie realizacji eksperymentu przeprowadzono przeszło 280 pomiarów cieczy o znanym współczynniku załamania n . Niewielką (rzędu kilku nanolitów) ilość cieczy umieszczano wewnątrz wnęki interferometru, a następnie rejestrowano wynikowy interferogram. Procedura pomiarowa została szczegółowo opisana w sekcji *Method* publikacji *Determination of refractive index dispersion using fiber-optic low-coherence Fabry–Perot interferometer: implementation and validation* [69] (pełen tekst publikacji na stronie 87). Przykładowy interferogram uzyskany w trakcie pomiarów przedstawiono na rys. 4.1.2.



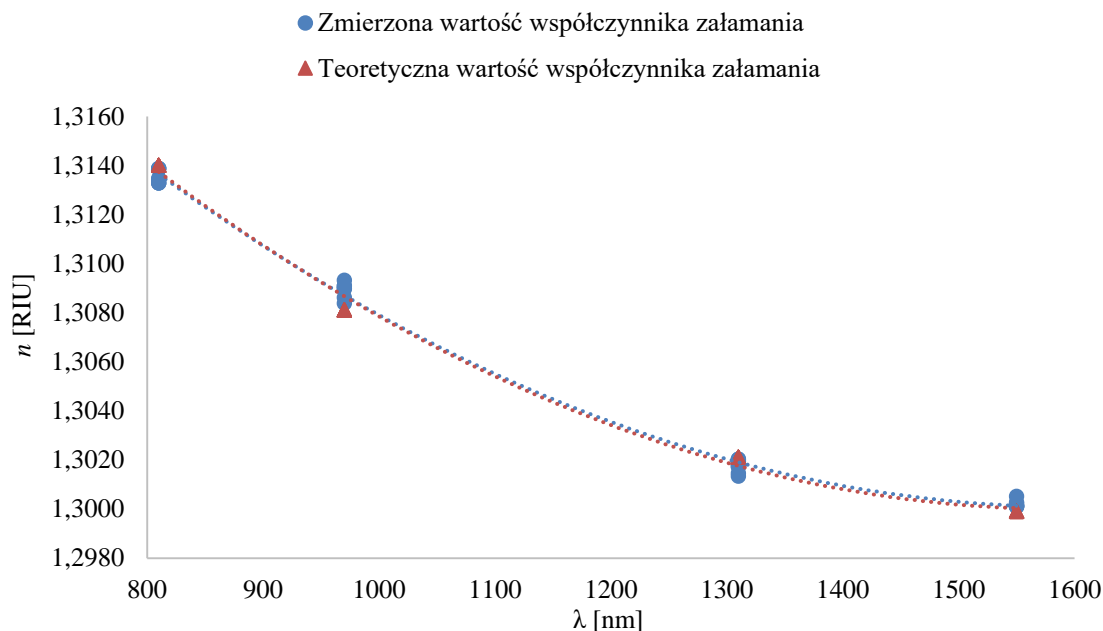
Rys. 4.1.3. Interferogram wynikowy dla pomiaru próbki metanolu ($n=1,30$) w porównaniu do referencyjnego pomiaru powietrza ($n=1,00$): a) widok dla pełnego zakresu widma; b) widok w powiększeniu centralnego fragmentu pomierzonego interferogramu.

Każdy z zarejestrowanych interferogramów został poddany szczegółowej analizie, w wyniku której otrzymano wartości δ . Następnie, na podstawie uzyskanych danych, przeprowadzono walidację metody pomiaru wartości i dyspersji współczynnika załamania przy użyciu niskokoherencyjnego układu ze światłowodowym interferometrem Fabry'ego-Pérot. Procedura obejmowała przeprowadzenie testów statystycznych (test Grubbsa na obserwacje odstające, test t-Studenta) oraz analizę regresji. Szczegółowy przebieg walidacji opisano w publikacji [69] w sekcji *Validation*. Wyniki przeprowadzonych testów statystycznych przedstawiono w tabeli 5 wspomnianej publikacji [69] i na ich podstawie można stwierdzić, że:

- Wśród uzyskanych wyników pomiarów stwierdzono obecność pojedynczych obserwacji odstających, co wskazuje na popełnione podczas pomiaru błędy grube. Były one spowodowane niestabilną temperaturą w laboratorium i nie wpłynęły na wynik walidacji.
- Wynik testu t-Studenta wskazuje, że wyniki pomiarów są w ponad 99% istotne statystycznie.
- Wartość parametru r korelacji r-Pearsona wynosi ponad 0,99, co wskazuje na silną zależność odległości pomiędzy prążkami widmowymi od wartości współczynnika załamania.

Ostatni etap analizy danych obejmował analizę regresji, w wyniku której opracowano modele regresji w postaci wielomianów opisujących zmiany współczynnika załamania

badanych cieczy w funkcji długości fali. Rys. 4.1.4 przedstawia wykres pomierzonej (niebieska linia) i wyznaczonej na podstawie danych literaturowych [70] (czerwona linia) dyspersji współczynnika załamania światła dla metanolu.



Rys. 4.1.4. Wykres wartości współczynnika załamania światła n w funkcji długości fali dla metanolu; niebieską linią oznaczono n wyznaczone eksperymentalnie, zaś czerwoną n obliczone na podstawie danych literaturowych.

Jak można zaobserwować na rys. 4.1.4, wyznaczone współczynniki załamania niemalże całkowicie pokrywają się z danymi literaturowymi [70]. Modele regresji dla wszystkich zmierzonych cieczy znajdują się w tabeli 6 w publikacji [69], natomiast ich graficzna interpretacja na rys. 8 w [69]. Niewielkie, rzędu tysięcznych części RIU różnice pomiędzy wartościami zmierzonymi a teoretycznymi mogą być związane z dokładnością analizatora widma optycznego i niepewnością standardową pomiaru, którą wyznaczono na podstawie odchylenia standardowego otrzymanych wyników. Niepewność standardowa dla pomiaru wartości współczynnika załamania wynosi 0,0087 RIU.

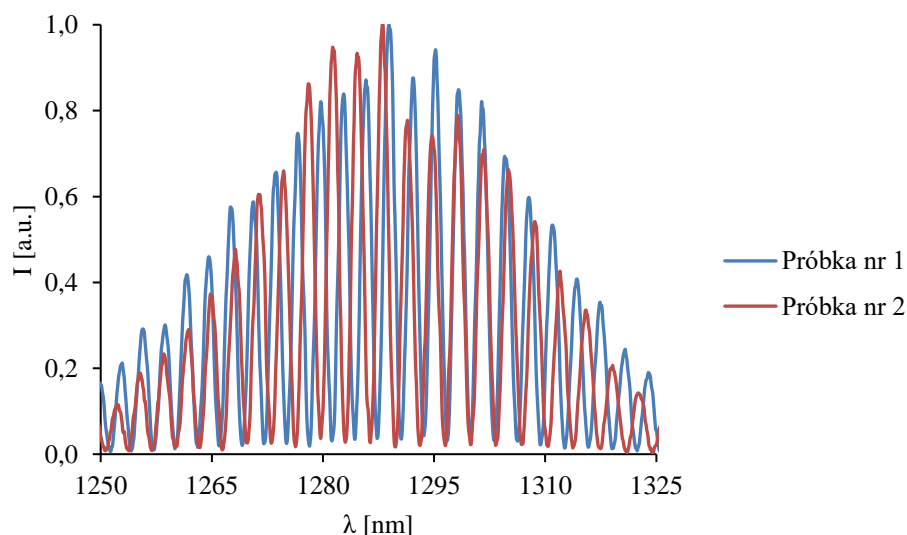
Na podstawie wyników przeprowadzonych testów statystycznych i analizy regresji można jednoznacznie stwierdzić, że zaproponowana w pracy konstrukcja niskokoherencyjnego czujnika światłowodowego z interferometrem Fabry’ego-Pérot’a może zostać zaimplementowana do pomiaru wartości współczynnika załamania.



Tym samym zrealizowano cel rozprawy doktorskiej: opracowanie i walidacja niskokoherencyjnych czujników światłowodowych wybranych wielkości fizycznych.

Zastosowanie niskokoherencyjnego, światłowodowego interferometru Fabry’ego-Pérota w badaniach tkanek biologicznych.

Przedstawiona w punkcie 3.1 konstrukcja niskokoherencyjnego czujnika światłowodowego z interferometrem Fabry’ego-Pérota została również wykorzystana w pomiarach parametrów optycznych krwi ludzkiej. Badania zostały zrealizowane w ramach projektu „Analiza zależności pomiędzy widmem pomiarowego sygnału optycznego a parametrami krwi” nr UMO-2011/03/D/ST7/03540 finansowanym przez Narodowe Centrum Nauki. Eksperyment miał na celu weryfikację możliwości określenia wybranych parametrów ludzkiej krwi za pomocą komplementarnych metod optycznych, takich jak spektroskopia Ramana oraz interferometria niskokoherencyjna z analizą sygnału w dziedzinie widma. Połączenie obu metod umożliwia jednoczesny pomiar właściwości optycznych krwi ludzkiej oraz jej składu cząsteczkowego. Przeprowadzono szereg pomiarów *in-vitro* próbek krwi o różnych parametrach hematologicznych, zebranych od różnych dawców. Na rys. 4.1.5 przedstawiono przykładowe interferogramy zarejestrowane w trakcie pomiarów dwóch próbek krwi różniących się parametrami hematologicznymi.



Rys. 4.1.5. Przykładowe interferogramy zarejestrowane w trakcie pomiarów dwóch próbek krwi o różnych parametrach hematologicznych.

Jak można wywnioskować z rys. 4.1.5, różnice w parametrach krwi wpływają na część rzeczywistą oraz urojoną współczynnika załamania światła. Jest to widoczne w zmianie

odległości pomiędzy prążkami widmowymi oraz poziomem ich widzialności. Wstępne wyniki eksperymentu zostały opublikowane w pracy „*Combined analysis of whole human blood parameters by Raman spectroscopy and spectral-domain low-coherence interferometry*” (pełen tekst publikacji na stronie 97) [71]. Osiągnięte rezultaty wskazują na potencjał wykorzystania opracowanego systemu pomiarowego do szybkiego i dokładnego oznaczania wybranych parametrów w pełnej krwi ludzkiej.

W trakcie realizacji celów pracy przeprowadzono również badania nad określeniem właściwości optycznych fantomów krwi ludzkiej. Fantomy te są często używane do kalibracji optoelektronicznych urządzeń wykorzystywanych do określania parametrów krwi. W badaniach tych ustalono, że przedstawiane w literaturze przedmiotu fantomy krwi ludzkiej posiadają właściwości optyczne, które nie są tożsame z właściwościami optycznymi pełnej krwi ludzkiej. Uwzględnienie zaobserwowanej w tych badaniach różnicy pomiędzy charakterystykami optycznymi fantomów krwi a ludzką krwią, jest konieczne dla rzetelnej kalibracji urządzeń diagnostycznych opartych na metodach optycznych. Przeprowadzone eksperymenty i ich wyniki zostały szczegółowo omówione w publikacji „*Blood equivalent phantom vs whole human blood, a comparative study*” [72] (pełen tekst publikacji na stronie 105).

Wyniki badań przedstawionych w publikacjach [71,72] pozwoliły na ponowne potwierdzenie, że opracowany niskokoherencyjny czujnik światłowodowy może być z powodzeniem wykorzystywany do pomiaru wybranych wielkości fizycznych.

4.2 Badanie czujnika do pomiaru wartości przemieszczenia

Pomiary wartości przemieszczenia zostały zrealizowane w niskokoherencyjnym układzie pomiarowym przedstawionym na rys. 4.1.1. Jako interferometr czujnikowy wykorzystano konstrukcję czujnika z punktu 3.1, w którym jako powierzchnie S_2 wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot’a zastosowano warstwę diamentu domieszkowanego borem i diamentu niedomieszkowanego. Warstwy diamentowe zostały osadzone na krzemowym podłożu. Srebrne lustro wykorzystano jako podłoże referencyjne. Zmierzono wartości przemieszczenia w przedziale od 50 μm do 600 μm , w każdym kroku zwiększając wartość przemieszczenia o 10 μm . Wykorzystanie różnych rodzajów warstw odbijających miało na celu określenie wpływu materiału wykonania powierzchni S_2 na parametry metrologiczne czujnika przemieszczenia. Procedurę wytwarzania warstw diamentowych oraz szczegółowy przebieg eksperymentu opisano w pracy „*Application of thin diamond films in low-coherence fiber-optic Fabry-Pérot*

displacement sensor” [58] (pełen tekst publikacji na stronie 67). Dla wszystkich warstw odbijających przeprowadzono pomiary dla dwóch środkowych długości fali źródeł SLD (1300 nm oraz 1550 nm). W publikacji [58] przedstawiono porównanie widzialności widm pomiarowych w zakresie od 1225 nm do 1350 nm (rys. 5) oraz w zakresie od 1500 nm do 1625 nm (Rys. 6). Obliczone wartości widzialności zostały przedstawione w tabeli 1 [58]. Można z nich wywnioskować, że niedomieszkowane warstwy naniesione na podłożu krzemowym, w wypadku zastosowania źródła o środkowej długości fali 1310 nm, pozwalają na osiągnięcie lepszej widzialności niż srebrne lustro. Warstwy domieszkowane borem dają niższe poziomy widzialności prążków widmowych z uwagi na mniejszy współczynnik odbicia, jednakże pozostają interesującym materiałem do zastosowań sensorycznych.

Na rysunkach 7–9 [58] przedstawiono interferogramy uzyskane w trakcie pomiarów w różnych konfiguracjach układu pomiarowego. Porównując widma znajdujące się na rysunkach, można stwierdzić, że zmiana odległości pomiędzy prążkami widma jest spowodowana długością wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot’a.

Wyniki eksperymentów przedstawionych w publikacji [58] dowodzą, że pomiary wartości przemieszczenia w zakresie od 50 μm do 600 μm mogą być z powodzeniem realizowane w niskokoherencyjnym układzie wykorzystującym konstrukcję czujnika z punktu 3.1 jako interferometr czujnikowy. Ponadto zaobserwowano, że zastosowanie warstwy niedomieszkowanego diamentu jako powierzchni S_2 we wnęcie interferometru Fabry’ego-Pérot’a korzystnie wpływa na odporność mechaniczną i chemiczną czujnika.

4.3 Badanie czujników do pomiaru współczynnika załamania

i przemieszczenia w warunkach zmian tłumienia sygnału w torze optycznym poza miejscem pomiaru

Częstym problemem związanym z wykorzystaniem czujników światłowodowych jest modulacja sygnału optycznego poza czujnikiem pomiarowym. Modulacja taka może wystąpić w wyniku nieuniknionych oddziaływań środowiska zewnętrznego na poszczególne komponenty toru optycznego poza czujnikiem pomiarowym, np. na światłowody doprowadzające i odprowadzające sygnały optyczne do i od czujnika pomiarowego, połączenia światłowodowe, sprzęgacze optyczne itp. Oddziaływania te mogą zmieniać stan polaryzacji promieniowania optycznego, fazę oraz jego natężenie. W niskokoherencyjnych czujnikach światłowodowych największe znaczenie ma

tłumienie sygnału optycznego w światłowodach oraz ich połączeniach, a także straty sygnałów w sprzęgaczach światłowodowych. Tłumienie to zmniejsza stosunek sygnału do szumu w odbiorniku – jeżeli stosunek ten nie jest znacznie większy od 1, wówczas wyniki pomiarowe z wykorzystaniem niskokoherencyjnych czujników światłowodowych mogą być obarczone znacznymi błędami statystycznymi. Większe znaczenie mogą odgrywać niejednorodne zmiany tłumienia w torze optycznym poza miejscem pomiaru, czyli jeżeli zmiany zależą od długości fali. Najgorsza sytuacja może zajść wtedy, jeżeli częstotliwość tych zmian w funkcji długości fali jest zbliżona do częstotliwości zmian zachodzących w czujniku pomiarowym – wtedy zmiany tłumienia mogą być przyczyną dużych, systematycznych błędów pomiarowych z uwagi na brak możliwości odseparowania sygnałów powstałych w wyniku modulacji sygnału optycznego w czujniku pomiarowym od sygnałów zakłócających powstałych w pozostałej części układu pomiarowego. Taka sytuacja może powstać w wyniku interferencji sygnałów pochodzących z odbicia od niejednorodności leżących w odległościach optycznych różniących się o wartość w przybliżeniu równą długości optycznej wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot. Najczęściej takie zdarzenie może wystąpić przy nieprawidłowo wykonanych połączeniach światłowodowych – np. w połączeniach rozłącznych, w których występuje między czołami łączonych światłowodów szczelina powietrzna o grubości zbliżonej do długości optycznej wnęki. Innym przykładem powodującym podobne skutki mogą być odbicia od końców światłowodów o zbliżonej długości sprzęgaczy światłowodowych.

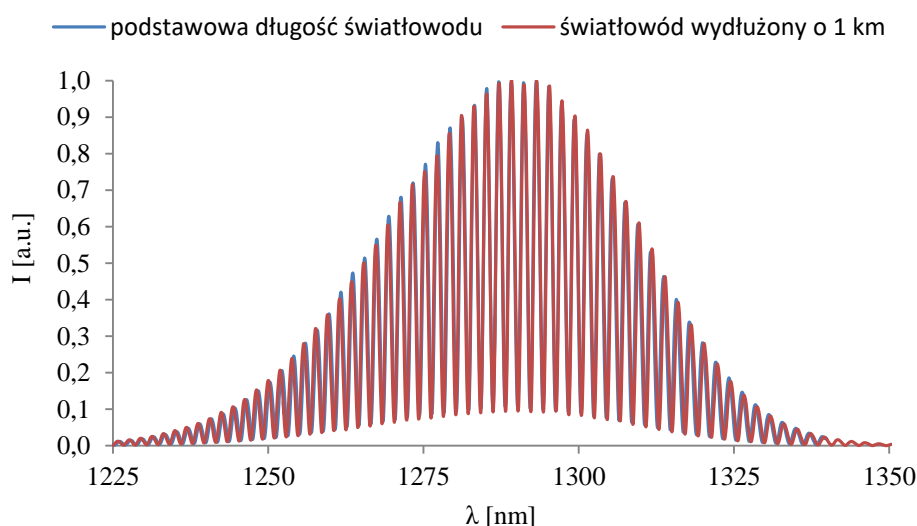
W bardzo precyzyjnych pomiarach długości optycznej wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot należy też wziąć pod uwagę to, że nawet przy niejednorodnym tłumieniu toru optycznego poza czujnikiem pomiarowym o częstotliwości zmian mocno różniących się od częstotliwości modulacji w czujniku pomiarowym (tj. kiedy ta różnica umożliwia odfiltrowanie sygnałów powstałych w wyniku modulacji w czujniku pomiarowym i poza nim), tłumienie to może być przyczyną powstawania systematycznych błędów pomiarowych. Przyczyną tego jest fakt, że przy występowaniu tego typu tłumienia, kiedy pomiar dokonywany jest z dużej odległości, położenie maksimum mierzonych linii widmowych, będących skutkiem oddziaływania promieniowania optycznego z interferometrem Fabry’ego-Pérot, może występować dla nieco innych długości fali niż położenie tych maksimum, kiedy pomiar dokonywany jest tuż przy interferometrze. Na przykład jeżeli pierwsza pochodna tłumienia w funkcji długości fali jest dodatnia,

wówczas tłumienie to jest przyczyną przesunięcia położenia występowania maksimów mierzonych linii widmowych w kierunku fal dłuższych, a gdy jest ujemna – w kierunku fal krótszych. Przesunięcia te są jednak zawsze mniejsze niż odległość między położeniami kolejnych maksimów. Wpływ tego przesunięcia można zaniedbać, jeżeli druga pochodna tłumienia w funkcji długości fali jest pomijalnie mała, a pomiar długości optycznej wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot’a odbywa się jedynie na podstawie częstotliwości występowania maksimów linii widmowych (to jest, kiedy w analizie sygnału wykorzystywane jest widmo amplitudowe, a nie jest brane pod uwagę widmo fazowe natężenia mierzonego sygnału optycznego w funkcji długości fali). Niezerowa wartość drugiej pochodnej oczywiście oznacza, że wartość pierwszej pochodnej zależy od długości fali, a to z kolei oznacza, że wartość przesunięcia maksimów linii widmowych będzie różna dla różnych długości fali. A to już ma wpływ na widmo amplitudowe natężenia mierzonego sygnału optycznego w funkcji długości fali. I tak: jeżeli wartość drugiej pochodnej tłumienia jest dodatnia, wówczas częstotliwość położenia maksimów linii widmowych mierzonego sygnału optycznego będzie mniejsza, a gdy ujemna – większa niż w wypadku, gdy wartość tłumienia sygnału optycznego w torze optycznym poza czujnikiem pomiarowym ma stałą wartość.

Biorąc pod uwagę powyższe rozważania, przystąpiono do badań mające na celu weryfikację, czy interferometria niskokoherencyjna umożliwi konstrukcję czujnika pracującego w warunkach zmiany tłumienia sygnału w torze optycznym poza miejscem pomiaru, co jest istotne w pomiarach z dużej odległości. Wyniki tych badań przedstawiono w publikacji „*Fiber optic displacement sensor with signal analysis in spectral domain*” [73] (tekst publikacji zamieszczono na stronie 117). Eksperyment został zrealizowany w układzie pomiarowym, takim jak na rys. 4.1.1. Badania przeprowadzono w dwóch konfiguracjach: ze źródłem SLD o długości fali $\lambda=1310$ nm oraz $\lambda=1550$ nm. Co najważniejsze, w celu wprowadzenia zmian tłumienia w torze optycznym poza miejscem pomiaru, w trakcie eksperymentu dospawano 10 m odcinek włókna światłowodowego do światłowodu łączącego interferometr czujnikowy z pozostałymi elementami układu. Analiza wyników pomiarów wartości przemieszczenia wykazała, że zmiana tłumienia spowodowana obecnością dwóch spawów oraz dodatkowego odcinka światłowodu nie powodowało zmiany w odległości pomiędzy prążkami widmowymi (niewielkie zmiany, to jest o wiele mniejsze niż

odległości pomiędzy prążkami widmowymi, kiedy nie występują spawy, mogłyby powstać w wypadku silnej zależności tłumienia spawu w funkcji długości fali), co oznacza ograniczoną czułość czujnika na zmiany tłumienia sygnału pomiarowego poza interferometrem czujnikowym.

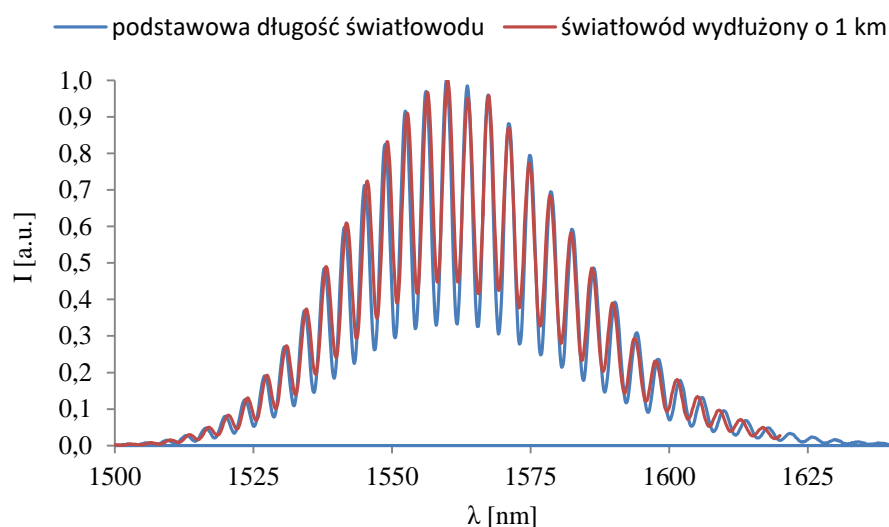
Mając na uwadze obiecujące rezultaty wstępnych badań, podjęto dalsze prace nad opracowaniem czujnika, który umożliwi zdalny pomiar zarówno wartości współczynnika załamania jak i przemieszczenia z dużej odległości (rzędu kilku kilometrów). W celu weryfikacji, czy zwiększenie zmian tłumienia sygnału w torze optycznym poza miejscem pomiaru uniemożliwi poprawną detekcję mierzonych wartości, do układu wprowadzono dodatkowy odcinek nawiniętego na szpulę światłowodu o długości 1 km. Następnie przeprowadzono serię pomiarów wartości współczynnika załamania cieczy oraz przemieszczenia. Na rys. 4.3.1 przedstawiono wykres widma dla pomiaru wartości przemieszczenia wynoszącej 400 μm .



Rys. 4.3.1. Porównanie wykresów widma zarejestrowanego dla pomiaru przemieszczenia wynoszącego 400 μm . Niebieskim kolorem oznaczono pomiar wykonany w podstawowej konfiguracji układu pomiarowego, zaś czerwonym kolorem pomiar w układzie z wydłużonym do 1 km torem optycznym poza miejscem pomiaru.

Jak można wywnioskować z rys. 4.3.1 różnice pomiędzy widmem zarejestrowanym w podstawowej konfiguracji układu pomiarowego a widmem zarejestrowanym w układzie z wydłużonym do 1 km torem optycznym poza miejscem pomiaru są niemalże niezauważalne. Niewielkie różnice pomiędzy pozycją prążków widmowych w prawej części wykresu mogą być spowodowane różnicą temperatury otoczenia lub różnicą rzędu nanometrów w ustawieniu długości wnęki interferometru. Dla ograniczonego zakresu widma od 10% do 100% maksymalnej wartości natężenia

sygnału I w widmie pomiarowym określono przesunięcie bezwzględne i względne pomiędzy prążkami widmowymi. Bezwzględne przesunięcie jest definiowane jak moduł z różnicy pomiędzy długością fali właściwą dla prążków widmowych znajdujących się na skraju prawej części wykresu widma. Przesunięcie względne jest definiowane jako iloraz bezwzględnego przesunięcia przez ograniczony zakres widmowy. Wartości te wynosiły odpowiednio 0,4 nm oraz 0,47%. Tak więc można stwierdzić, że zmiana tłumienia wprowadzona przez wydłużony tor optyczny poza miejscem pomiaru nie ogranicza parametrów metrologicznych opracowanego czujnika. Wyniki pomiaru wartości współczynnika załamania przedstawiono na rys. 4.3.2



Rys. 4.3.2 Porównanie wykresów widma zarejestrowanego dla pomiaru współczynnika załamania $n=1,30$. Czarnym kolorem oznaczono pomiar wykonany w podstawowej konfiguracji układu pomiarowego, zaś czerwonym kolorem pomiar w układzie z wydłużonym do 1 km torem optycznym poza miejscem pomiaru.

Jak widać opracowany czujnik jest wrażliwy na nawet niewielkie zmiany temperatury, co można zaobserwować w przesunięciu widm pomiarowych względem siebie w prawej części wykresu. Jednakże wykresy widm można uznać za bardzo dobrze dopasowane, co wskazuje na to, że zmiana tłumienia sygnału nie wpływa w znaczący sposób na działanie czujnika. Dla widm zaprezentowanych na rys. 4.3.2 wartości bezwzględnego i względnego przesunięcia wynosiły odpowiednio 0,8 nm oraz 0,96%.

Co więcej, możliwe jest znaczne zwiększenie dokładności pomiaru wartości przemieszczenia do pojedynczych nanometrów poprzez zastosowanie analizy sygnału w dziedzinie widma uwzględniającej zjawisko dyfrakcji oraz efekt Gouy'a, z jednoczesnym uwzględnieniem charakterystyki widmowej źródła promieniowania

(a także, w razie potrzeby, charakterystyki tłumienia toru światłowodowego poza interferometrem pomiarowym). Dokładny opis takiej metody analizy zamieszczono w publikacji „*Fiber optic Fabry-Pérot sensors: modeling versus measurements results*” [50] (pełen tekst publikacji znajduje się na stronie 125).

Zaprezentowane wyniki wskazują na możliwość wykorzystania czujnika do pomiaru wartości współczynnika załamania oraz przemieszczenia na znacznych odległościach. Pozwala to na użycie czujnika w szczególnie niedostępnych obszarach, takich jak kopalnie, szyby naftowe, itp., podczas gdy jednostka sterująca może być umieszczona w dogodnym miejscu.

Przeprowadzone badania pozwoliły na potwierdzenie pierwszej tezy rozprawy doktorskiej: interferometria niskokoherencyjna umożliwia konstrukcję czujnika pracującego w warunkach zmiany tłumienia sygnału w torze optycznym poza miejscem pomiaru.

4.4 Badanie czujników do pomiaru temperatury w quasi-rozłożonej sieci niskokoherencyjnych czujników światłowodowych

W sieciach czujników istotnym problemem jest tzw. ich adresowanie, czyli separacja sygnałów pochodzących od poszczególnych czujników oraz możliwość wzajemnego ich wzajemnego zakłócania. W wypadku quasi-rozłożonej sieci czujników optycznych do separacji sygnałów można wykorzystać reflektometrię optyczną działającą w dziedzinie czasu (OTDR – z ang. Optical Time-Domain Reflectometry) lub w dziedzinie widma (OFDR – z ang. Optical Frequency-Domain Reflectometry). Przy tych metodach można wykorzystywać zarówno czujniki o tych samych lub o różniących się parametrach dotyczących modulacji widma natężenia promieniowania w funkcji długości fali. Niestety, wykorzystanie tych technik jest bardzo drogie, zwłaszcza że pomiar miałby odbywać się dla wielu długości fali. Z tych powodów w pracy do separacji sygnałów optycznych pochodzących z poszczególnych czujników posłużono się inną metodą, wykorzystującą fakt, że można tak zaprojektować wykorzystywane w sieci czujniki, aby każdy z nich modulował widmo natężenia w funkcji długości fali z różną częstotliwością. Jeżeli funkcję opisującą wartość natężenia źródła promieniowania w funkcji długości fali przemnożoną przez funkcję trygonometryczną typu $\sin(2\pi\nu_\lambda\lambda + \varphi_\lambda)$, gdzie ν_λ jest częstotliwością modulacji widma natężenia (np.

częstotliwością występowania maksimów w widmie natężenia w funkcji długości fali promieniowania odbitego od interferometru Fabry'ego-Pérot), a φ_λ jest fazą początkową, poddamy transformacji Fouriera, wówczas transformata Fouriera sygnału wymnożonego i niewymnożonego są przesunięte względem siebie o wartość ν_λ , zachowując kształt widma źródła. Jeżeli w quasi-rozłożonej sieci wykorzystamy kilka czujników, wówczas, aby transformaty Fouriera od poszczególnych czujników nie zachodziły na siebie, konieczne jest, aby wartości ν_λ poszczególnych czujników różniły się między sobą o wartość większą niż odwrotność szerokości widma wykorzystanego źródła promieniowania. Niestety, można przyjąć z dobrym przybliżeniem, że interferometr Fabry'ego-Pérot wprowadza modulację okresową widma natężenia promieniowania w funkcji długości fali tylko w wypadku, kiedy szerokość widma w funkcji długości fali źródła promieniowania jest dużo mniejsza niż środkowa długość fali źródła. Dzieje się to dlatego, gdyż odległości między poszczególnymi maksimami współczynnika odbicia (jak i transmisji) w funkcji długości fali wewnątrz wnęki Fabry'ego-Pérot dla danej jej długości optycznej są odwrotnie proporcjonalne od długości fali. Dlatego, wykorzystując w przetwarzaniu sygnałów transformację Fouriera widma natężenia mierzonego promieniowania optycznego na wyjściu sieci, należy uwzględnić również dodatkowe poszerzenie transformaty Fouriera sygnałów pochodzących od poszczególnych sensorów.

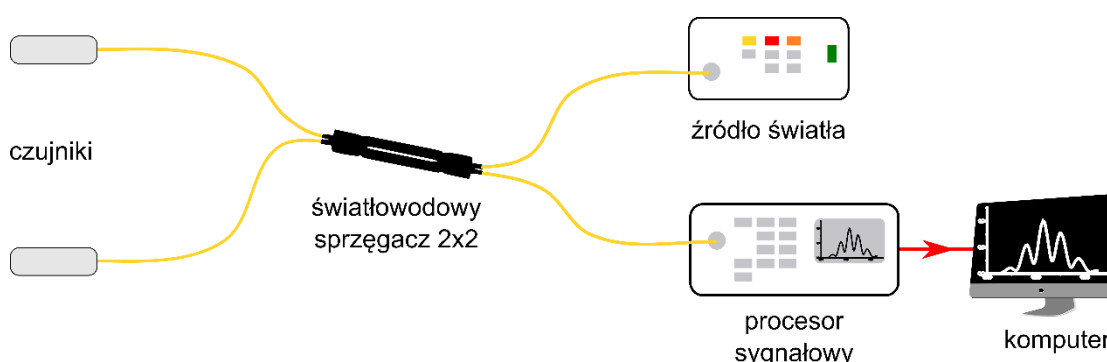
Z punktu widzenia możliwości separacji sygnałów pomiarowych od poszczególnych czujników quasi-rozłożonej sieci bardziej korzystna jest analiza oparta na transformacji widma natężenia promieniowania na wyjściu sieci, jeżeli widmo to jest przedstawione nie w funkcji długości fali, ale jej częstotliwości – albo jeszcze lepiej, w funkcji liczby falowej fali wewnątrz wnęki interferometru, gdyż przy takim przedstawieniu położenie maksimów linii widmowych w funkcji liczby falowej można opisać funkcją okresową (w przeciwieństwie do widma w funkcji częstotliwości fali, wykorzystanie liczby falowej umożliwia uwzględnienie wpływu zjawiska dyspersji w ośrodku wypełniającego wnękę Fabry'ego-Pérot na położenie poszczególnych maksimów w widmie).

Z punktu widzenia możliwości separacji sygnałów pomiarowych od poszczególnych czujników podstawowym ograniczeniem maksymalnej liczby czujników są poziomy sygnałów rejestrowanych od poszczególnych czujników, jak i rozdzielczość widmowa wykorzystanego analizatora widma. Jeżeli poziom sygnałów od poszczególnych



czujników będzie wystarczający, to maksymalna liczba czujników w sieci będzie proporcjonalna do szerokości widma zastosowanego źródła promieniowania.

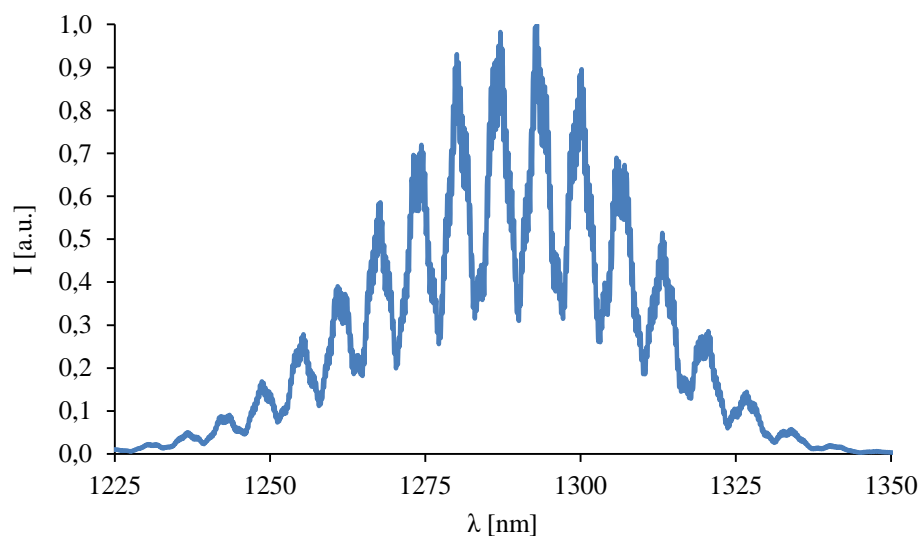
W celu weryfikacji czy opisane w punktach 3.2–3.3 konstrukcje czujników mogą zostać zaimplementowane do pomiaru temperatury w quasi-rozłożonej sieci niskokoherencyjnych czujników światłowodowych, przeprowadzone zostały badania eksperymentalne. Pomiary z wykorzystaniem konstrukcji niskokoherencyjnych czujników światłowodowych do pomiaru temperatury wykorzystujących zmianę długości wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot’a przeprowadzono w układzie pomiarowych przedstawionym na rys. 4.4.1.



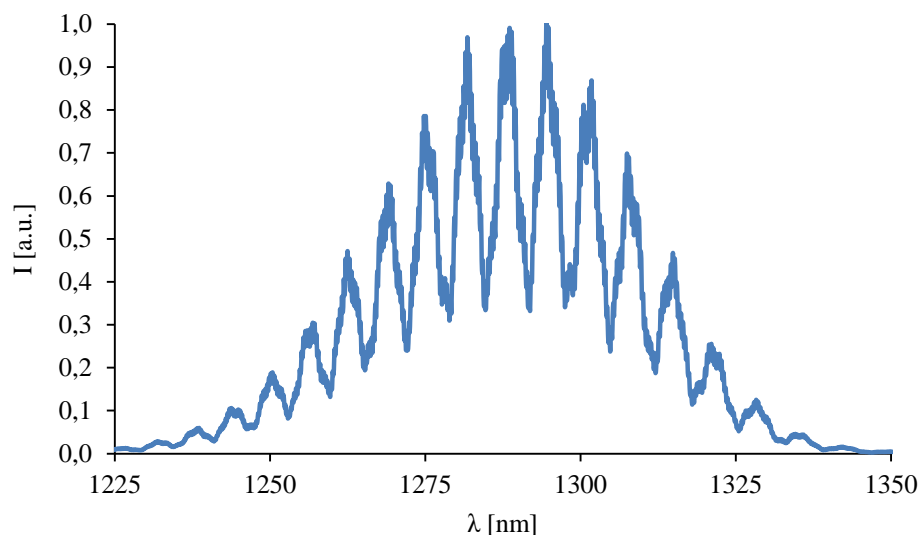
Rys. 4.4.1. Schemat układu do pomiaru temperatury w quasi-rozłożonej sieci niskokoherencyjnych czujników światłowodowych.

W układzie jako źródło promieniowania optycznego zastosowano diodę superluminescencyjną o środkowej długości fali $\lambda = 1310$ nm. Interferometry czujnikowe (szczegółowo opisane w punkcie 3.2) zostały połączone z pozostałymi elementami układu pomiarowego przy użyciu jednomodowego sprzęgacza światłowodowego 2x2, o współczynniku podziału sygnału 50:50.

W trakcie eksperymentu czujnik nr 1 utrzymywany był w temperaturze pokojowej (22°C), natomiast czujnik nr 2 był podgrzewany w kalibratorze temperatury Ametek ETC-400A w zakresie od 30°C do 130°C, z krokiem pomiarowym wynoszącym 10°C. Eksperyment przeprowadzono zarówno dla temperatury narastającej, jak i malejącej. Sygnał pomiarowy rejestrowano jednocześnie z obu czujników, na jednym interferogramie. Rysunki 4.4.2 oraz 4.4.3 przedstawiają wykresy widma zarejestrowane w trakcie pomiaru temperatury wynoszącej 30°C (rys. 4.4.2) oraz 70°C (rys. 4.4.3).

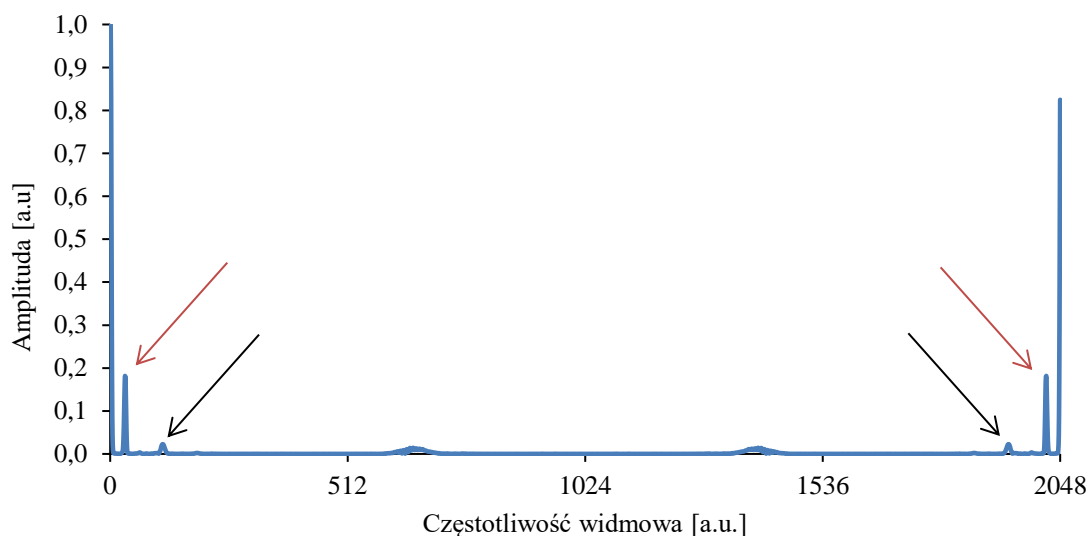


Rys. 4.4.2 Interferogram zarejestrowany dla pomiaru temperatury wynoszącej 30°C w cyklu wzrastania temperatury.



Rys. 4.4.3 Interferogram zarejestrowany dla pomiaru temperatury wynoszącej 70°C w cyklu wzrastania temperatury.

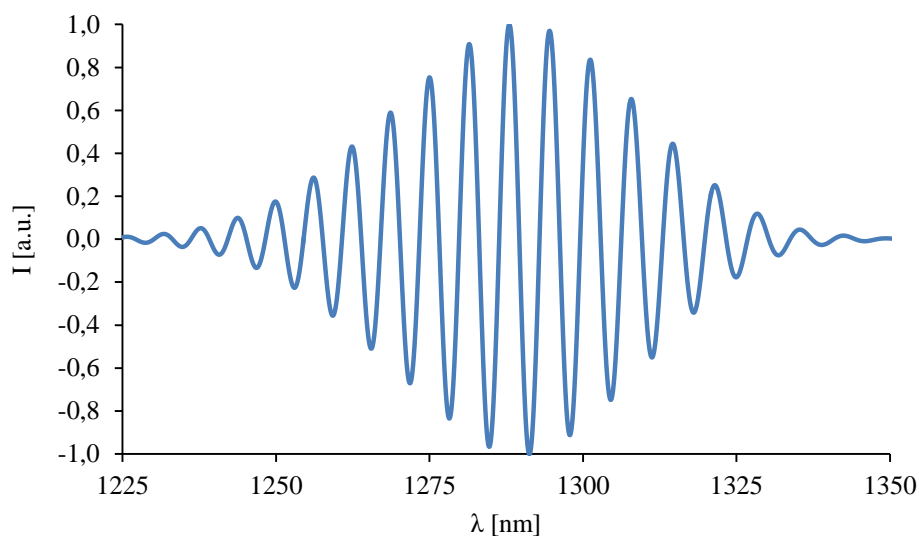
Analiza danych pomiarowych wymagała przeprowadzenia transformacji Fouriera celem odseparowania od siebie sygnałów pochodzących z czujnika nr 1 i czujnika nr 2. Rys. 4.4.4 przedstawia przykładowy wykres transformaty Fouriera danych pomiarowych, gdy oba czujniki były jednocześnie podłączone do układu pomiarowego.



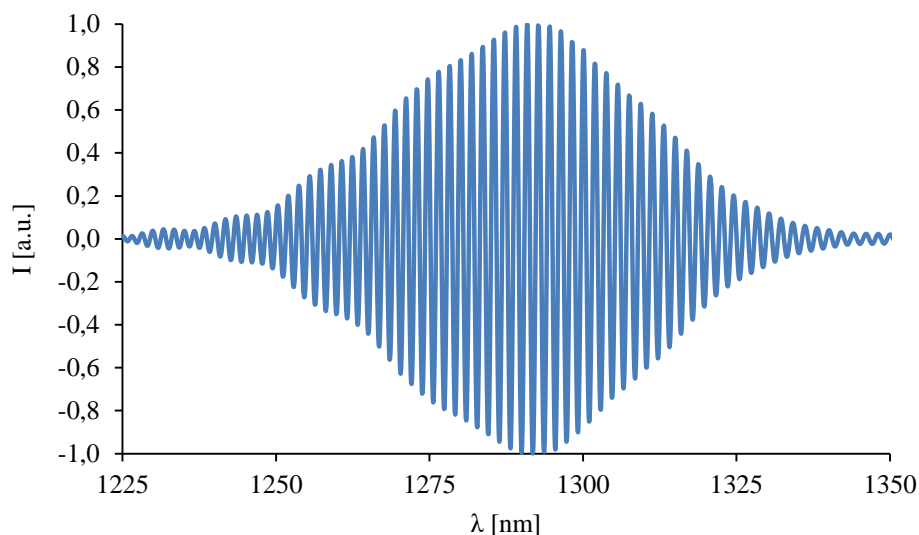
Rys. 4.4.4 Wykres transformaty Fouriera sygnału zarejestrowanego dla pomiaru temperatury wynoszącej 70°C w cyklu wzrastania temperatury. Częstotliwość widmowa definiowana jest jako liczba maksimum przypadająca na jednostkę szerokości widma.

Jak można zauważyć, znaczące składowe widma sygnałów pomiarowych z obu czujników są od siebie wyraźnie odseparowane. Efekt taki osiągnięto dzięki zastosowaniu mocno różniących się długości wnęki interferometru Fabry’ego-Pérot’a dla każdego z czujników. Znaczące składowe widma sygnał pochodzącego z czujnika nr 1 oznaczono na wykresie czarną strzałką, natomiast sygnału z czujnika 2 czerwoną.

W celu uzyskania informacji o odległości pomiędzy prążkami widmowymi konieczne było przeprowadzenie odwrotnej transformacji Fouriera znaczących składowych widma dla poszczególnych czujników, w wyniku której otrzymano indywidualne interferogramy dla każdego z czujników (rys. 4.4.5–4.4.6). Ponieważ w odwrotnej transformacji Fouriera składowe stałe z obu czujników nie były uwzględniane (nie można było ich odseparować), uzyskane w ten sposób interferogramy różnią się swoim kształtem od mierzonych bezpośrednio – brak składowej stałej nie ma istotnego wpływu na możliwość wyznaczenia wartości mierzonej temperatury przez poszczególne czujniki. Na rys.4.4.5 przedstawiono wynikowy interferogram dla czujnika nr 1 (temperatura wynosząca 22°C), natomiast na rys. 4.4.6 widoczny jest interferogram zarejestrowany dla sygnału pochodzącego z czujnika nr 2 w trakcie pomiaru temperatury wynoszącej 70°C.



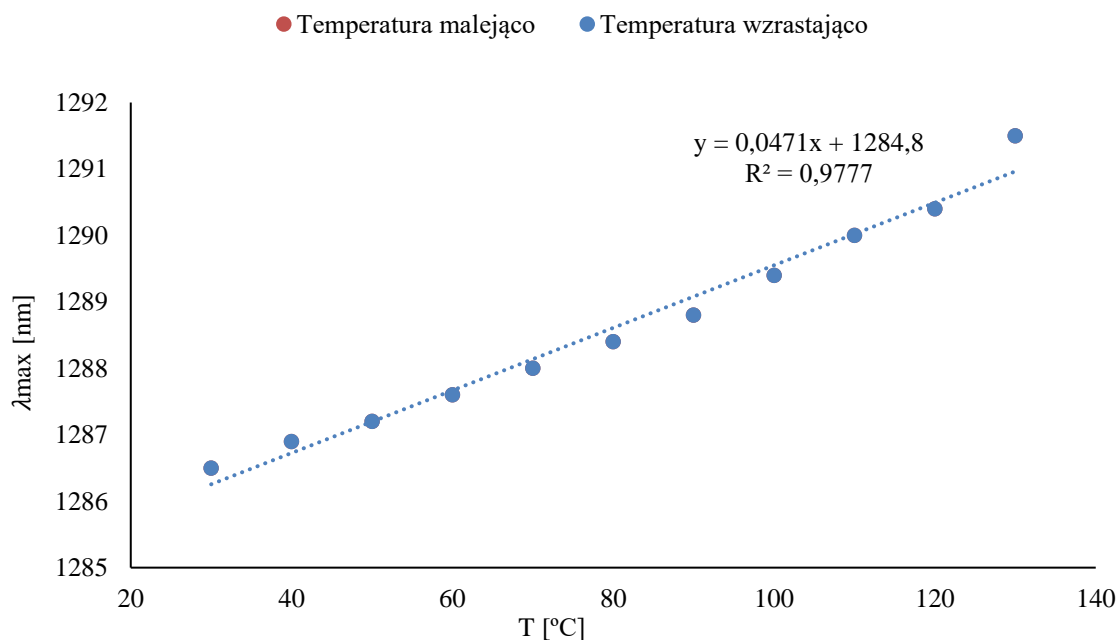
Rys. 4.4.5 Wykres widma sygnału pochodzącego z czujnika nr 1 utrzymywanego w temperaturze wynoszącej 22°C.



Rys. 4.4.6 Wykres widma sygnału pochodzącego z czujnika nr 2 w trakcie pomiaru temperatury wynoszącej 70°C.

Ponieważ czujnik nr 1 na potrzeby tego eksperymentu utrzymywany był w stałej temperaturze wynoszącej 22°C, dokładnej analizie wszystkich zarejestrowanych widm sygnału pomiarowego dokonano wyłącznie dla czujnika nr 2. Wyznaczono położenie najwyższego prążka widmowego w każdym z zarejestrowanych interferogramów. Na rys. 4.4.7 przedstawiono wykres zależności długości fali właściwej dla najwyższego prążka widmowego (prążka centralnego) od mierzonej temperatury. Jak można wywnioskować z rys. 4.4.7, wraz ze wzrostem temperatury położenie prążka centralnego przesuwają się w kierunku wyższych długości fali. Wysoka wartość współczynnika determinacji R^2 wynosząca 0,9777 wskazuje na bardzo dobre

dopasowanie wyznaczonej krzywej $y = 0,0471x + 1284,8$. Warto podkreślić, że położenie prążka centralnego było takie samo, lub nieznacznie różniące się, zarówno w przypadku pomiaru temperatury narastająco jak i malejąco. Z tego powodu obliczone długości fali dla obu serii pomiarowych pokrywają się na wykresie z rys. 4.4.7.



Rys. 4.4.7 Wykres zależności położenia prążka centralnego od mierzonej wartości temperatury.

W wyniku przeprowadzonych badań można stwierdzić, że zastosowanie opracowanej w punkcie 3.2 konstrukcji niskokoherencyjnego, światłowodowego czujnika wykorzystującego zmianę długości wnęki interferometru Fabry’ego-Pérotta umożliwia pomiar w quasi-rozłożonej sieci czujników działającej z tylko jednym źródłem promieniowania optycznego. Liczba czujników, które mogą pracować w sieci przy jednoczesnym odseparowaniu sygnałów, ograniczona jest jedynie przez szerokość połówkową zastosowanego źródła światła.

Powyższe dowodzi drugą tezę rozprawy: interferometria niskokoherencyjna umożliwia realizację quasi-rozłożonych sieci czujnikowych.

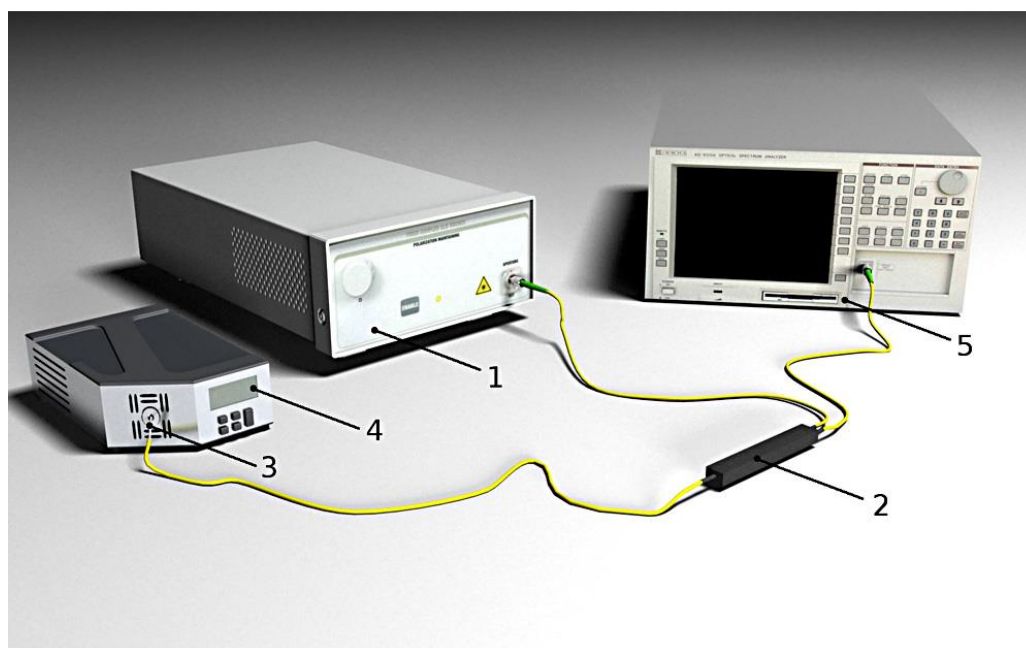
Warto w tym miejscu zaznaczyć, że chociaż ze względu na koszty eksperyment przeprowadzono na sieci, w skład której wchodziły dwa sensory, jej rozbudowa jest możliwa poprzez zastąpienie jednego z czujników podłączonych do sprzęgacza następnym ogniwnem sieci składającego się z następnego sprzęgacza, na wyjściu którego mogą znajdować się następne dwa czujniki lub czujnik i dalsze ogniwa sieci. Takich

ogniw składających się ze sprzęgacza i czujnika może być wiele. Wykorzystanie w sieci sprzęgaczy pozwala na daleko idącą optymalizację sieci z punktu widzenia poziomu odbieranego sygnału z poszczególnych czujników, np. można wykorzystać sprzęgacze o innym podziale niż 50:50. Zastosowanie sprzęgaczy, choć komplikuje budowę sieci, jest szczególnie korzystne, jeżeli poszczególne czujniki wykazują duże straty (to jest, jeżeli suma mocy promieniowania odbitego od i transmitowanego przez interferometr Fabry'ego-Pérot, a następnie transmitowanego w rdzeniu światłowodu jest dużo mniejsza niż moc promieniowania padającego na interferometr). Może mieć to miejsce na przykład w sytuacji, gdy długość wnęki jest większa od zakresu Rayleigha wiązki ulegającej zjawisku dyfrakcji wewnątrz wnęki interferometru. W takim wypadku duże straty wynikają z tego, że część mocy promieniowania zamiast dalej propagować w rdzeniu światłowodu jest tracona w płaszczu (problem dyfrakcji we wnęce i jego następstwa był omawiany w [50]). Zjawisko dyfrakcji i jego następstwa można pominąć w czujnikach z bardzo krótką wnęką (to jest krótszą od zakresu Rayleigha). W tej sytuacji możliwa jest budowa czujnika quasi-rozłożonego składającego się z szeregowo połączonych ogniw światłowód-wnęka-swiatłowód.

Ogólnie można stwierdzić, że projektowanie sieci składających się z niskokoherencyjnych czujników światłowodowych wykorzystujących zewnętrzne interferometri Fabry'ego-Pérot jest znacznie trudniejsze, zwłaszcza wobec sieci składających się z czujników z siatkami Bragga. Te ostatnie można bowiem tak zaprojektować, aby miały bardzo małe straty. Ponadto wykazują bardzo selektywne odbicie dla promieniowania o konkretnej długości fali (dla której spełniony jest warunek Bragga) i bardzo dużą transmisję dla innych długości fali. Promieniowanie, które nie zostało odbite od siatki Bragga może być wykorzystane do pracy innych czujników o innej stałej sieci w siatce Bragga. Takich udogodnień nie mają niskokoherencyjne czujniki światłowodowe z interferometrem Fabry'ego-Pérot, w których promieniowanie odbite i transmitowane jest modulowane w całym zakresie widma źródła promieniowania i które często wykazują się znacznie większymi stratami. Czyni to dowód drugiej tezy przy wykorzystaniu czujników z interferometrem Fabry'ego-Pérot tym bardziej znaczący.

Pomiar temperatury w układzie wykorzystującym niskokoherencyjny, światłowodowy czujnik z warstwą ZnO jako wnęką interferometru Fabry'ego-Pérot

Schemat blokowy niskokoherencyjnego układu do pomiaru temperatury przedstawiono na rys. 4.4.8. Jako interferometry czujnikowy wykorzystano konstrukcję opisaną w punkcie 3.3. W charakterze źródła promieniowania zastosowano diodę superluminescencyjną o środkowej długości fali $\lambda = 930$ nm. Czujnik podgrzewano w przedziale od 50°C do 300°C przy użyciu kalibratora temperatury Ametek ETC-400A.

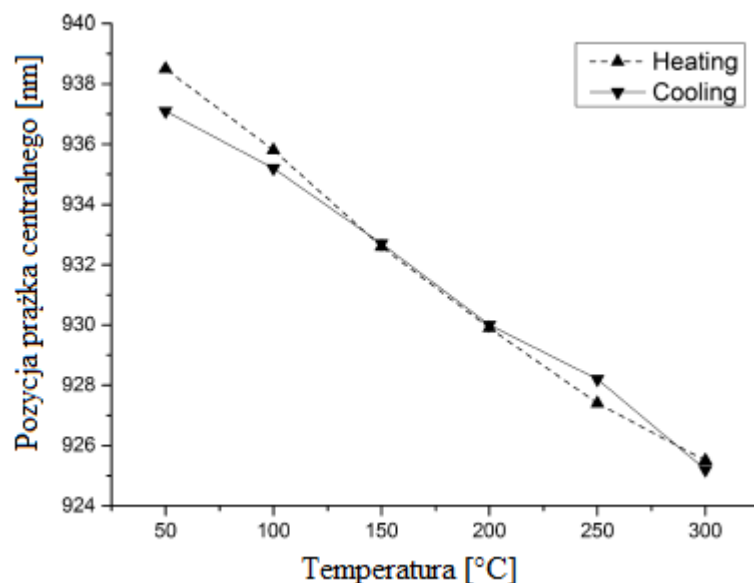


Rys. 4.4.8 Niskokoherencyjny układ pomiarowy wykorzystujący czujnik z warstwą ZnO jako wnękę światłowodowego interferometru Fabry’ego-Pérot’a: (1) źródło światła; (2) jednomodowy sprzęgacz 2x1; (3) wejście kalibratora temperatury; (4) wskaźnik temperatury; (5) analizator widma optycznego.

Dokładny opis przeprowadzonych badań zamieszczono w publikacji „*ALD thin ZnO layer as an active medium in a fiber-optic Fabry–Perot interferometer*” [68] (pełen tekst publikacji na stronie 77). W publikacji omówiono również proces wytwarzania i charakteryzacji warstwy ZnO naniesionej na czoło światłowodu.

Zarejestrowane w trakcie eksperymentu interferogramy zostały poddane analizie mającej na celu wyznaczenie długości fali występowania maksymalnego prążka widmowego. Wyniki pomiaru przedstawiono na rys. 5 w publikacji [68].

Wykres zależności lokalizacji prążka centralnego od wartości temperatury znajduje się na rys. 4.4.9. Na wykresie zaznaczono zarówno wartości zmierzone w trakcie podgrzewania czujnika jak i chłodzenia. Jak można zaobserwować na rys. 4.4.9, wraz ze wzrostem temperatury położenie prążka centralnego w widmie pomiarowym zmienia się w kierunku niższych długości fali.



Rys. 4.4.9 Zależność położenia maksymalnego prążka widmowego od mierzonej temperatury [68].

Wyniki przeprowadzonego eksperymentu wskazują na to, że czujnik wykorzystujący warstwę ZnO jak wnękę interferometru Fabry'ego-Pérot'a może służyć do pomiaru temperatury w zakresie od 50°C do 300°C. Co więcej jeżeli, podobnie jak w konstrukcji opisanej w punkcie 3.2, w tym czujniku zastosuje się modyfikację długości wnęki interferometru poprzez nanoszenie warstw ZnO o różnych grubościach, to czujnik ten może zostać z powodzeniem wykorzystany do tworzenia quasi-rozłożonych sieci.

W tym miejscu ponownie dowiedziano drugą tezę rozprawy: interferometria niskokoherencyjna umożliwia realizację quasi-rozłożonych sieci czujnikowych.

Rozdział 5

Podsumowanie

Ogólną tematyką rozprawy są niskokoherencyjne czujniki światłowodowe i możliwości ich wykorzystania w złożonych systemach pomiarowych uwzględniających pracę w sieci czujników przy pomiarach na dużych odległościach. Wśród tego typu czujników szczególnie interesujące są niskokoherencyjne czujniki światłowodowe z zewnętrznym interferometrem Fabry'ego-Pérot. Są one, w porównaniu z innymi rozwiązaniami (np. czujnikami wykorzystującymi siatki Bragga lub interferencję międzymodową), jeszcze stosunkowo mało rozpoznane i dlatego rzadko stosowane. W pracy przedstawiono zasadę ich działania oraz możliwości ich wykorzystania w pomiarach różnych wielkości fizycznych. W pracy zrealizowano kilka celów. Jednym z nich było opracowanie różnych konstrukcji czujników:

1. czujników umożliwiających pomiar współczynnika załamania wybranych cieczy, a także bardziej złożonych ośrodków (np. krwi ludzkiej) oraz przemieszczenia; w konstrukcji czujnika zastosowano zwierciadła wnęki Fabry'ego-Pérot wykonane z różnych materiałów (szkło kwarcowe, srebro, warstwa diamentowa), a długość wnęki mogła być regulowana w zakresie od 50 μm do 500 μm – w zależności od potrzeb;
2. czujnika temperatury wykorzystującego zmiany współczynnika załamania warstwy ZnO naniesionej bezpośrednio na czoło światłowodu jednomodowego typu SMF-28, która stanowiła wnękę Fabry'ego-Pérot o długości 310 nm;
3. czujników temperatury wykorzystujących zmianę długości wnęki Fabry'ego-Pérot pod wpływem rozszerzalności termicznej mosiądzu; w celu możliwości wykorzystania poszczególnych czujników w quasi-rozłożonej sieci, ich długości wnęk różniły się między sobą (różnica rzędu setek mikrometrów).

Każda z opracowanych konstrukcji została poddana badaniom eksperymentalnym w specjalnie opracowanych przez autora systemach pomiarowych, wykorzystujących źródła niskokoherencyjne o różnych długościach środkowej fali i szerokościach widma

oraz analizator widma umożliwiającą akwizycję danych pomiarowych z dużą rozdzielczością widmową. Przetestowano pracę czujników w układach umożliwiających pomiary jednopunktowe, a także wielopunktowe.

W pierwszej części pracy (rozdział 1) przedstawiono informacje na temat czujników światłowodowych. Dokonano również analizy stanu wiedzy w zakresie metod pomiaru wartości współczynnika załamania oraz przemieszczenia przy użyciu czujników światłowodowych. W rozdziale 2 pracy przedstawiono cele pracy oraz motywację do przeprowadzenia badań nad niskokoherencyjnymi czujnikami światłowodowymi oraz postawiono tezy pracy. Rozdział 3 zawiera szczegółowy opis opracowanych konstrukcji niskokoherencyjnych czujników światłowodowych. Badania eksperymentalne przeprowadzone w celu weryfikacji tezy pracy zostały szeroko opisane w rozdziale 5. Przedstawione wyniki były przedmiotem 7 publikacji, w tym 4 które ukazały się w czasopiśmie z listy *Journal Citation Reports* (JCR) oraz 3 publikacji w doniesieniach konferencyjnych indeksowanych w bazie *Web of Science* (WoS). Treści publikacji zostały załączone do rozprawy.

W pracy postawiono dwie tezy. Pierwsza z nich dotyczyła możliwości wykorzystania interferometrii niskokoherencyjnej w konstrukcji czujników pracujących w warunkach zmiany tłumienia sygnału w torze optycznym poza miejscem pomiaru. W celu weryfikacji tej tezy autor opracował system pomiarowy, w którym interferometr czujnikowy podłączono do układu detekcji za pomocą długiego odcinka światłowodu znajdującego się na szpuli. W tym wypadku na zmianę tłumienia sygnału w torze optycznym miała wpływ zarówno jego długość, jak i zgięcie światłowodu spowodowane jego nawinięciem. Pomiary zostały przeprowadzone z wykorzystaniem niskokoherencyjnego czujnika przemieszczenia. Wyniki eksperymentu pokazały, że wnoszone przez długi odcinek światłowodu tłumienie nie miało znaczącego wpływu na dokładność pomiaru. Tym samym zrealizowano kolejny z postawionych w pracy celów oraz dowiedziono pierwszej tezy, co podkreślono w punkcie 4.3.

Druga teza dotyczyła możliwości wykorzystania interferometrii niskokoherencyjnej do realizacji quasi-rozłożonych sieci czujnikowych. Głównym problemem, jaki należało rozwiązać, było rozróżnienie sygnałów pomiarowych pochodzących od poszczególnych czujników. W rozprawie wykazano, że można to osiągnąć, wykorzystując czujniki o różnych długościach wnęki Fabry'ego-Pérot. Takie rozwiązanie wprowadza zmiany tłumienia sygnału optycznego w funkcji długości fali z różnymi częstotliwościami.

Rozróżnienie sygnałów pomiarowych z czujników było możliwe dzięki wykonaniu transformacji Fouriera zarejestrowanego pomierzonego widma. Aby zrealizować ostatni cel pracy i zweryfikować drugą tezę, opracowano i przebadano sieć czujników temperatury wykorzystujących wnęki Fabry'ego-Pérotta o różnej długości. Analiza wyników eksperymentu wskazuje na to, że przez odpowiedni dobór długości wnęk możliwa jest separacja sygnałów pomiarowych z poszczególnych czujników w taki sposób, aby wzajemnie się one nie zakłócały, a pomiary wartości temperatury były jednoznaczne w każdym punkcie sieci. Powyższe dowodzi drugiej tezy rozprawy, a pełny opis badań zawarto w punkcie 4.4.

Dowodząc obu tez pracy wykazano, że opracowane konstrukcje niskokoherencyjnych czujników światłowodowych mogą być z powodzeniem wykorzystywane w bardzo złożonych sieciach pomiarowych, posiadających wiele czujników rozmieszczonych w dużej odległości od siebie.

Do oryginalnych osiągnięć autora należą:

- opracowanie nowych konstrukcji niskokoherencyjnych czujników światłowodowych do pomiarów: przemieszczenia, współczynnika załamania i temperatury;
- zaimplementowanie w tych konstrukcjach cienkich warstw ZnO umożliwiających pomiar temperatury oraz warstw diamentowych rozszerzających funkcjonalność czujników (np. odporność na uszkodzenia mechaniczne, optymalizacja współczynnika odbicia w celu uzyskania pożądanego kontrastu prążków widmowych);
- opracowanie metody analizy pracy niskokoherencyjnych czujników światłowodowych z zewnętrznym interferometrem Fabry'ego-Pérotta;
- zaprojektowanie i wykonanie systemów pomiarowych współpracujących z opracowanymi czujnikami;
- zaprojektowanie i wykonanie sieci czujników wraz z opracowaniem metody separacji sygnałów pomiarowych.

Wyniki badań przedstawione w rozprawie oczywiście nie wyczerpują wszystkich problemów związanych z niskokoherencyjnymi czujnikami światłowodowymi. W czasie jej realizacji pojawiło się wiele nowych problemów i pomysłów ich rozwiązania. W szczególności związanych z realizacją sieci czujnikowych i możliwości ich realizacji z wykorzystaniem źródeł szerokopasmowych wykorzystujących generację tzw. supercontinuum i szybkich laserów przestrajalnych w szerokim zakresie długości



fali (tego typu źródła są szeroko stosowane w optycznej tomografii koherentnej – OCT). Planowane są także badania nad czujnikami do zastosowań biomedycznych z sfunkcjonalizowaną powierzchnią, aby uzyskać dużą selektywność pomiarów (np. na określone patogeny).

Literatura

- [1] C.D. Kissinger, Fiber optic proximity probe, US3327584 A, 1967.
- [2] C. Menadier, C. Kissinger, H. Adkins, The fotonic sensor, *Instrum. Control Syst.* 40 (1967) 114.
- [3] B.B. Culshaw, Fiber Optics in Sensing and Measurement, *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.* 6 (2000) 1014–1021.
- [4] B. Culshaw, A. Kersey, Fiber-Optic Sensing: A Historical Perspective, *J. Light. Technol.* 26 (2008) 1064–1078.
- [5] K.C. Kao, G.A. Hockham, Dielectric-fibre surface waveguides for optical frequencies, *Proc. Inst. Electr. Eng.* 113 (1966) 1151–1158. doi:10.1049/piee.1966.0189.
- [6] S.R. Goldstein, J.I. Peterson, R.V. Fitzgerald, A Miniature Fiber Optic pH Sensor for Physiological Use, *J. Biomech. Eng.* 102 (1980) 141–146. doi:10.1115/1.3138210.
- [7] W.R. Seitz, Chemical Sensors Based on Fiber Optics, *Anal. Chem.* 56 (1984) 16A-34A. doi:10.1021/ac00265a711.
- [8] G.B. Hocker, Fiber optic acoustic sensors with composite structure: an analysis, *Appl. Opt.* 18 (1979) 3679–3683. doi:10.1364/AO.18.003679.
- [9] J.N. Fields, C.K. Asawa, O.G. Ramer, M.K. Barnoski, Fiber optic pressure sensor, *J. Acoust. Soc. Am.* 67 (1980) 816–818. doi:10.1121/1.383957.
- [10] R. Goldstein, W.C. Goss, Fiber Optic Rotation Sensor (FORS) Laboratory Performance Evaluation, *Opt. Eng.* 18 (1979) 184381. doi:10.1117/12.7972389.
- [11] J.I. Peterson, G.G. Vurek, Fiber-optic sensors for biomedical applications, *Science.* 224 (1984) 123–127. doi:10.1126/science.6422554.

- [12] T.J. Hall, High-linearity multimode optical fibre sensor, *Electron. Lett.* 15 (1979) 405. doi:10.1049/el:19790291.
- [13] J.A. Bucaro, H.D. Dardy, E.F. Carome, Optical fiber acoustic sensor, *Appl. Opt.* 16 (1977) 1761–1762. doi:10.1364/AO.16.001761.
- [14] T. Takeo, H. Hattori, Optical Fiber Sensor for Measuring Refractive Index, *Jpn. J. Appl. Phys.* 21 (1982) 1509. doi:10.1143/JJAP.21.1509.
- [15] T. Giallorenzi, J. Bucaro, A. Dandridge, G. Sigel, J. Cole, S. Rashleigh, R. Priest, Optical fiber sensor technology, *IEEE J. Quantum Electron.* 18 (1982) 626–665. doi:10.1109/JQE.1982.1071566.
- [16] A. Dandridge, A.B. Tveten, G.H. Sigel, E.J. West, T.G. Giallorenzi, Optical fibre magnetic field sensors, *Electron. Lett.* 16 (1980) 408. doi:10.1049/el:19800285.
- [17] R. Bailly-Salins, Plastic optical fiber displacement sensor for study of the dynamic response of a solid exposed to an intense pulsed electron beam, *Rev. Sci. Instrum.* 46 (1975) 879–882. doi:10.1063/1.1134333.
- [18] J.A. Bucaro, E.F. Carome, Single fiber interferometric acoustic sensor, *Appl. Opt.* 17 (1978) 330–331. doi:10.1364/AO.17.000330.
- [19] S.K. Sheem, T.G. Giallorenzi, R.O. Miles, WA-B4 optical-fiber sensors with the “BOTTLE” single-mode fiber coupler, *IEEE Trans. Electron Devices.* 26 (1979) 1851–1851. doi:10.1109/T-ED.1979.19767.
- [20] K.T.V. Grattan, T. Sun, Fiber optic sensor technology: an overview, *Sens. Actuators Phys.* 82 (2000) 40–61. doi:10.1016/S0924-4247(99)00368-4.
- [21] N. Sabri, S.A. Aljunid, M.S. Salim, S. Fouad, Fiber Optic Sensors: Short Review and Applications, in: *Recent Trends Phys. Mater. Sci. Technol.*, Springer, Singapore, 2015: pp. 299–311. doi:10.1007/978-981-287-128-2_19.
- [22] V.V. Tuchin, *Optical Clearing of Tissues and Blood*, SPIE, 1000 20th Street, Bellingham, WA 98227-0010 USA, 2005. doi:10.1117/3.637760.

- [23] A.N. Bashkatov, E.A. Genina, V.V. Tuchin, Optical properties of skin, subcutaneous, and muscle tissues: a review, *J. Innov. Opt. Health Sci.* 04 (2011) 9–38. doi:10.1142/S1793545811001319.
- [24] S.W. James, R.P. Tatam, Optical fibre long-period grating sensors: characteristics and application, *Meas. Sci. Technol.* 14 (2003) R49. doi:10.1088/0957-0233/14/5/201.
- [25] G. Rego, A Review of Refractometric Sensors Based on Long Period Fibre Gratings, *Sci. World J.* (2013). doi:10.1155/2013/913418.
- [26] X. Dong, H. Zhang, B. Liu, Y. Miao, Tilted fiber Bragg gratings: Principle and sensing applications, *Photonic Sens.* 1 (2011) 6–30. doi:10.1007/s13320-010-0016-x.
- [27] A. Boleininger, T. Lake, S. Hami, C. Vallance, Whispering gallery modes in standard optical fibres for fibre profiling measurements and sensing of unlabelled chemical species, *Sensors.* 10 (2010) 1765–1781. doi:10.3390/s100301765.
- [28] C.-C. Chiang, J.-C. Chao, Whispering Gallery Mode Based Optical Fiber Sensor for Measuring Concentration of Salt Solution, *J. Nanomater.* (2013). doi:10.1155/2013/372625.
- [29] J. Knittel, J.D. Swaim, D.L. McAuslan, G.A. Brawley, W.P. Bowen, Backscatter based whispering gallery mode sensing, *Sci. Rep.* 3 (2013) 2974. doi:10.1038/srep02974.
- [30] H.-Y. Lin, C.-H. Huang, G.-L. Cheng, N.-K. Chen, H.-C. Chui, Tapered optical fiber sensor based on localized surface plasmon resonance, *Opt. Express.* 20 (2012) 21693–21701. doi:10.1364/OE.20.021693.
- [31] B.D. Gupta, R.K. Verma, Surface Plasmon Resonance-Based Fiber Optic Sensors: Principle, Probe Designs, and Some Applications, *J. Sens.* (2009). doi:10.1155/2009/979761.
- [32] J. Homola, Surface plasmon resonance sensors for detection of chemical and biological species, *Chem. Rev.* 108 (2008) 462–493. doi:10.1021/cr068107d.

- [33] A.K. Sharma, R. Jha, B.D. Gupta, Fiber-Optic Sensors Based on Surface Plasmon Resonance: A Comprehensive Review, *IEEE Sens. J.* 7 (2007) 1118–1129. doi:10.1109/JSEN.2007.897946.
- [34] S. Binu, V.P. Mahadevan Pillai, N. Chandrasekaran, Fibre optic displacement sensor for the measurement of amplitude and frequency of vibration, *Opt. Laser Technol.* 39 (2007) 1537–1543. doi:10.1016/j.optlastec.2006.12.008.
- [35] H.A. Rahman, H.R.A. Rahim, H. Ahmad, M. Yasin, R. Apsari, S.W. Harun, Fiber optic displacement sensor for imaging of tooth surface roughness, *Measurement.* 46 (2013) 546–551. doi:10.1016/j.measurement.2012.08.013.
- [36] H.A. Rahman, H.R.A. Rahim, S.W. Harun, M. Yasin, R. Apsari, H. Ahmad, W.A.B. Wan Abas, Detection of stain formation on teeth by oral antiseptic solution using fiber optic displacement sensor, *Opt. Laser Technol.* 45 (2013) 336–341. doi:10.1016/j.optlastec.2012.06.027.
- [37] L.M. Manojlović, A simple white-light fiber-optic interferometric sensing system for absolute position measurement, *Opt. Lasers Eng.* 48 (2010) 486–490. doi:10.1016/j.optlaseng.2009.08.008.
- [38] M. Bravo, A.M.R. Pinto, M. Lopez-Amo, J. Kobelke, K. Schuster, High precision micro-displacement fiber sensor through a suspended-core Sagnac interferometer, *Opt. Lett.* 37 (2012) 202–204. doi:10.1364/OL.37.000202.
- [39] X. Dong, X. Yang, C.-L. Zhao, L. Ding, P. Shum, N.Q. Ngo, A novel temperature-insensitive fiber Bragg grating sensor for displacement measurement, *Smart Mater. Struct.* 14 (2005) N7. doi:10.1088/0964-1726/14/2/N01.
- [40] J.M. Baptista, S.F. Santos, G. Rego, O. Frazão, J.L. Santos, Micro-displacement or bending measurement using a long-period fibre grating in a self-referenced fibre optic intensity sensor, *Opt. Commun.* 260 (2006) 8–11. doi:10.1016/j.optcom.2005.10.004.
- [41] N.M.P. Pinto, O. Frazão, J.M. Baptista, J.L. Santos, Quasi-distributed displacement sensor for structural monitoring using a commercial OTDR, *Opt. Lasers Eng.* 44 (2006) 771–778. doi:10.1016/j.optlaseng.2005.07.009.

- [42] S. Mendonça, O. Frazão, J.M. Baptista, J.L. Santos, Fiber optic displacement sensing monitored by an OTDR and referenced by Fresnel reflection and by fiber Bragg gratings, *Microw. Opt. Technol. Lett.* 49 (n.d.) 768–770. doi:10.1002/mop.22261.
- [43] M. Bravo, M. López-Amo, O. Frazão, J.M. Baptista, J.L. Santos, New interrogation technique for multiplexing LPG-fiber loop mirrors based displacement sensors using an OTDR, in: *2011 IEEE Sens. Proc.*, 2011: pp. 341–342. doi:10.1109/ICSENS.2011.6126990.
- [44] R. Philip-Chandy, P.J. Scully, P. Eldridge, H.J. Kadim, M.G. Grapin, M.G. Jonca, M.G. D'Ambrosio, F. Colin, An optical fiber sensor for biofilm measurement using intensity modulation and image analysis, *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.* 6 (2000) 764–772. doi:10.1109/2944.892616.
- [45] Y.-P. Wang, D.N. Wang, W. Jin, CO₂ laser-grooved long period fiber grating temperature sensor system based on intensity modulation, *Appl. Opt.* 45 (2006) 7966. doi:10.1364/AO.45.007966.
- [46] Y. Fu, H. Di, R. Liu, Light intensity modulation fiber-optic sensor for curvature measurement, *Opt. Laser Technol.* 42 (2010) 594–599. doi:10.1016/j.optlastec.2009.10.009.
- [47] C. Prella, F. Lamarque, P. Revel, Reflective optical sensor for long-range and high-resolution displacements, *Sens. Actuators Phys.* 127 (2006) 139–146. doi:10.1016/j.sna.2005.11.005.
- [48] F.J. Arregui, I.R. Matias, K.L. Cooper, R.O. Claus, Simultaneous measurement of humidity and temperature by combining a reflective intensity-based optical fiber sensor and a fiber Bragg grating, *IEEE Sens. J.* 2 (2002) 482–487. doi:10.1109/JSEN.2002.804577.
- [49] J.M. Senior, G. Murtaza, A.I. Stirling, G.H. Wainwright, Single LED based dual wavelength referenced optical fibre sensor system using intensity modulation, *Opt. Laser Technol.* 24 (1992) 187–192. doi:10.1016/0030-3992(92)90012-Q.
- [50] J. Pluciński, K. Karpienko, Fiber optic Fabry-Pérot sensors: modeling versus measurements results, in: *11th Conf. Integr. Opt. Sens. Sens. Struct. Methods*,

International Society for Optics and Photonics, 2016: p. 100340H.
doi:10.1117/12.2244578.

[51] K.T.V. Grattan, B.T. Meggitt, eds., *Optical Fiber Sensor Technology*, Springer US, Boston, MA, 2000. doi:10.1007/978-1-4757-6081-1.

[52] M. Jedrzejewska-Szczerska, Improved Methods of Signal Processing Used in Low-Coherent Systems, *Acta Phys. Pol. A.* 114 (2008) A-127-A-131. doi:10.12693/APhysPolA.114.A-127.

[53] C. Fabry, A. Pérot, Theorie et applications d'une nouvelle methode de spectroscopie interferentielle, *Ann. Chim. Phys.* 16 (1899).

[54] M. Born, E. Wolf, A.B. Bhatia, P.C. Clemmow, D. Gabor, A.R. Stokes, A.M. Taylor, P.A. Wayman, W.L. Wilcock, *Principles of Optics by Max Born*, Camb. Core. (1999). doi:10.1017/CBO9781139644181.

[55] M. Jedrzejewska-Szczerska, B. Kosmowski, R. Hyszer, The optimal construction of a fiber-optic Fabry-Perot interferometer, *Photonics Lett. Pol.* 1 (2009) 61–63.

[56] P. Hlubina, White-light spectral interferometry with the uncompensated Michelson interferometer and the group refractive index dispersion in fused silica, *Opt. Commun.* 193 (2001) 1–7. doi:10.1016/S0030-4018(01)01235-4.

[57] J. Plucinski, K. Karpienko, Response of a fiber-optic Fabry-Perot interferometer to refractive index and absorption changes - modelling and experiments, in: P. Jasinski (Ed.), 14th Int. Conf. Opt. Electron. Sens., Spie-Int Soc Optical Engineering, Bellingham, 2016: p. UNSP 101610F.

[58] D. Milewska, K. Karpienko, M. Jedrzejewska-Szczerska, Application of thin diamond films in low-coherence fiber-optic Fabry Pérot displacement sensor, *Diam. Relat. Mater.* 64 (2016) 169–176. doi:10.1016/j.diamond.2016.02.015.

[59] M. Tabib-Azar, B. Sutapun, R. Petrick, A. Kazemi, Highly sensitive hydrogen sensors using palladium coated fiber optics with exposed cores and evanescent field interactions, *Sens. Actuators B Chem.* 56 (1999) 158–163. doi:10.1016/S0925-4005(99)00177-X.

- [60] J.M. Fini, Microstructure fibres for optical sensing in gases and liquids, *Meas. Sci. Technol.* 15 (2004) 1120. doi:10.1088/0957-0233/15/6/011.
- [61] C. Bariáin, I.R. Matías, F.J. Arregui, M. López-Amo, Optical fiber humidity sensor based on a tapered fiber coated with agarose gel, *Sens. Actuators B Chem.* 69 (2000) 127–131. doi:10.1016/S0925-4005(00)00524-4.
- [62] A. Iadicicco, S. Campopiano, A. Cutolo, M. Giordano, A. Cusano, Refractive index sensor based on microstructured fiber Bragg grating, *IEEE Photonics Technol. Lett.* 17 (2005) 1250–1252. doi:10.1109/LPT.2005.846570.
- [63] T.M. Monro, W. Belardi, K. Furusawa, J.C. Baggett, N.G.R. Broderick, D.J. Richardson, Sensing with microstructured optical fibres, *Meas. Sci. Technol.* 12 (2001) 854. doi:10.1088/0957-0233/12/7/318.
- [64] Y. Tian, W. Wang, N. Wu, X. Zou, X. Wang, Tapered Optical Fiber Sensor for Label-Free Detection of Biomolecules, *Sensors.* 11 (2011) 3780–3790. doi:10.3390/s110403780.
- [65] H.A. Rahman, S.W. Harun, M. Yasin, S.W. Phang, S.S.A. Damanhuri, H. Arof, H. Ahmad, Tapered plastic multimode fiber sensor for salinity detection, *Sens. Actuators Phys.* 171 (2011) 219–222. doi:10.1016/j.sna.2011.09.024.
- [66] J. Shin, S.-J. Choi, I. Lee, D.-Y. Youn, C.O. Park, J.-H. Lee, H.L. Tuller, I.-D. Kim, Thin-Wall Assembled SnO₂ Fibers Functionalized by Catalytic Pt Nanoparticles and their Superior Exhaled-Breath-Sensing Properties for the Diagnosis of Diabetes, *Adv. Funct. Mater.* 23 (n.d.) 2357–2367. doi:10.1002/adfm.201202729.
- [67] H. Ibach, Thermal Expansion of Silicon and Zinc Oxide (II), *Phys. Status Solidi B.* 33 (n.d.) 257–265. doi:10.1002/pssb.19690330124.
- [68] M. Jędrzejewska-Szczerska, P. Wierzba, A.A. Chaaya, M. Bechelany, P. Miele, R. Viter, A. Mazikowski, K. Karpienko, M. Wróbel, ALD thin ZnO layer as an active medium in a fiber-optic Fabry–Perot interferometer, *Sens. Actuators Phys.* 221 (2015) 88–94. doi:10.1016/j.sna.2014.11.001.
- [69] K. Karpienko, M.S. Wróbel, M. Jędrzejewska-Szczerska, Determination of refractive index dispersion using fiber-optic low-coherence Fabry–Perot interferometer:

implementation and validation, *Opt. Eng.* 53 (2014) 077103.
doi:10.1117/1.OE.53.7.077103.

[70] H. El-Kashef, The necessary requirements imposed on polar dielectric laser dye solvents, *Phys. B Condens. Matter.* 279 (2000) 295–301. doi:10.1016/S0921-4526(99)00856-X.

[71] M. Gnyba, M.S. Wróbel, K. Karpienko, D. Milewska, M. Jędrzejewska-Szczerska, Combined analysis of whole human blood parameters by Raman spectroscopy and spectral-domain low-coherence interferometry, in: *Clin. Biomed. Spectrosc. Imaging IV 2015 Pap.* 95371N, Optical Society of America, 2015: p. 95371N. doi:10.1364/ECBO.2015.95371N.

[72] K. Karpienko, M. Gnyba, D. Milewska, M.S. Wróbel, M. Jędrzejewska-Szczerska, Blood equivalent phantom vs whole human blood, a comparative study, *J. Innov. Opt. Health Sci.* 09 (2015) 1650012. doi:10.1142/S1793545816500127.

[73] K. Karpienko, M. Marzejon, J. Pluciński, Fiber optic displacement sensor with signal analysis in spectral domain, in: *11th Conf. Integr. Opt. Sens. Sens. Struct. Methods*, International Society for Optics and Photonics, 2016: p. 100340K. doi:10.1117/12.2244591.

Opublikowane prace

A. Application of thin diamond films in low-coherence fiber-optic Fabry Pérot displacement sensor	67
B. ALD thin ZnO layer as an active medium in a fiber-optic Fabry-Perot interferometer.....	77
C. Determination of refractive index dispersion using fiber-optic low-coherence Fabry–Perot interferometer: implementation and validation.....	87
D. Combined analysis of whole human blood parameters by Raman spectroscopy and spectral-domain low-coherence interferometry	97
E. Blood equivalent phantom vs whole human blood, a comparative study	105
F. Fiber optic displacement sensor with signal analysis in spectral domain	117
G. Fiber-optic Fabry-Pérot sensors – modeling versus measurements results	125



A. Application of thin diamond films in low-coherence fiber-optic Fabry P erot displacement sensor

Samodzielny wk ad autora rozprawy w powstanie tej publikacji polega  na udziale w:

1. Przeprowadzeniu eksperyment w z wykorzystaniem interferometrii niskokoherencyjnej, kt orych wyniki wykorzystano w publikacji;
2. Przetwarzaniu danych i interpretacji wynik w pomiar w interferometrycznych;
3. Przygotowaniu cz eści rysunk w;
4. Napisaniu cz eści manuskryptu.





Application of thin diamond films in low-coherence fiber-optic Fabry Pérot displacement sensor



D. Milewska¹, K. Karpienko¹, M. Jędrzejewska-Szczerska^{*}

Gdańsk University of Technology, Department of Electronics, Telecommunication and Informatics, 11/12 Narutowicza, 80-233 Gdansk, Poland

ARTICLE INFO

Article history:

Received 22 December 2015

Received in revised form 12 February 2016

Accepted 18 February 2016

Available online 21 February 2016

Keywords:

Fiber-optic sensor

Fabry–Pérot interferometer

Displacement sensors

Diamond

ABSTRACT

The novel fiber-optic low coherence sensor with thin diamond films is demonstrated. The undoped and boron-doped diamond films were elaborated by the use of the microwave plasma enhanced chemical vapor deposition (μ PE CVD) system. The optical signal from the Fabry–Pérot cavity made with the application of those thin films is sensitive to displacement. The sensor characterization was made in the range of 0–600 μ m. The measurements were performed using two superluminescent diodes (SLD) with central wavelengths of 1290 nm and 1550 nm and the output signal was analyzed by the measurement of the modulation change of spectral pattern. Furthermore, very good coefficient of the determination $R^2 > 0.9565$ and the visibility of optical measured signal equal to 95.6% were achieved.

© 2016 The Authors. Published by Elsevier B.V. This is an open access article under the CC BY-NC-ND license (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

1. Introduction

Fiber optic interferometric sensors are dedicated to measure the broad range of physical and biochemical quantities, such as temperature, and refractive index [1–5]. However, the displacement sensor gives us the opportunity to measure many quantities, whose changes can be transferred into the displacement change for example: pressure, velocity, acceleration and others [6–9]. The application of low-coherence interferometry in fiber-optic sensor gives us the possibility to obtain very high value of resolution and dynamic of measurement as in the conventional interferometry [10–12]. However, by the use of low-coherence interferometry, it is possible to obtain sensors, what is the proof for any changes of the optical signal intensity of the measured signal. It is so because in low-coherence sensor the information is encoded in the changes of the spectrum of measured signal. Fiber-optic interferometric sensors can be done in many configurations, however, the application of the low-finesse Fabry–Pérot interferometer in reflective mode was chosen due to the broad range of its good points, including inter alia: relatively simple configuration, potentially low cost, high resolution and low thermal inertia. Furthermore, due to its small size, it is possible to make nearly point wise temperature measurement. Recently, optical fiber sensors, which make the optic sensors more appealing than ever, are to be obtained in a simple and inexpensive manner [13–15]. Furthermore, the metrological parameters of such sensors are determined by the materials which were used for the construction of

their elements such as mirrors. Most commonly used, as a reflective surface in the Fabry–Pérot interferometers, are silver mirrors. This material is cheap and sufficiently well reflecting a light beam, however, it is chemically unstable and sensitive to mechanical damage. Hence, the need to implement other materials, such as the reflective surfaces in order to achieve greater resistance to harmful mechanical and chemical conditions, seems to be of the great range.

In spite of this, in the last years diamond has started to be an attractive topic in engineers' applications. Different applications of diamond films have been reported so far, e.g., microelectromechanical systems (MEMS), high power electronics, high-frequency devices, electrochemical sensors or protective coatings for biomedical applications [16].

Thin diamond films are mainly synthesized using microwave plasma enhanced chemical vapor deposition (μ PE CVD). This technique allows the manufacture of diamond thin films representing such structural properties as: thickness, grain size, texture, chemical composition, defect concentration and surface morphology. The abovementioned features are adjusted by changing the process conditions including temperature, thickness or doping, along with the selection of the substrate material and, moreover, have a strong impact on fundamental properties that involve optical, mechanical, electrical and other attributes of diamond films [17–20].

Here, the fiber-optic displacement sensor with new reflective layer made of silicon protected with thin diamond film is described. The undoped diamond and boron-doped diamond films were deposited on silicon substrate by the use of microwave plasma enhanced chemical vapor deposition. In the presented displacement sensor, thin diamond films have been used due to their outstanding properties such as: biocompatibility, great chemical stability, remarkable hardness, high

^{*} Corresponding author.

E-mail address: mjdrzej@eti.pg.gda.pl (M. Jędrzejewska-Szczerska).

¹ Equally contributing authors.

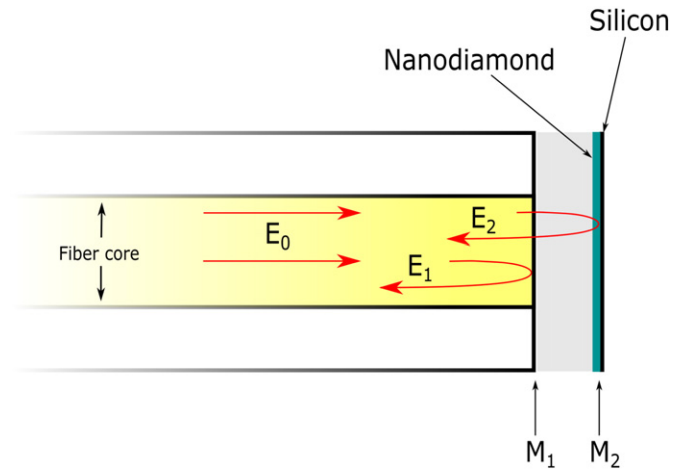


Fig. 1. Extrinsic Fabry–Pérot interferometer working in reflective mode: M_1, M_2 – cavity mirrors, E_0 – the amplitude of an electric vector of an incident wave; E_1, E_2 – the amplitude of an electric vector of wave reflected of the first and second mirrors, respectively.

thermal conductivity, optical transparency. The sensor’s optimal construction was thoroughly examined so that the best metrological parameters can be reached.

2. Theory

The developed sensor was designed as an extrinsic Fabry–Pérot working in the reflective mode, as shown in Fig. 1. The cavity mirrors M_1 and M_2 use Fresnel reflection at the boundary between the single mode optical fiber and the surrounding medium, as well as, the surrounding medium and diamond films.

The theory of Fabry–Pérot interferometer has been discussed in the literature [13–14,21], though without any very important effects. The analysis of the work of the fiber-optic extrinsic Fabry–Pérot interferometer should take into consideration: power loss effect in Fabry–Pérot cavity caused by light beam divergence, the fact that the coefficient reflection of the mirror differentiates from each other and also the multi-beam interference in Fabry–Pérot cavity. All of those problems affect the work of the fiber-optic Fabry–Pérot interferometer and, therefore, they are discussed in this section. The Fabry–Pérot cavity is formed by two

parallel mirrors with reflectivity R_1 and R_2 . Amplitudes of waves reflected from mirrors in multi-beam interference with Gaussian beam expansion-induced power attenuation can be expressed as [13–14,21]:

$$\begin{aligned} E_1 &= -\sqrt{R_1} E_0 \\ E_2 &= \sqrt{R_2(1-R_1)} E_0 \sqrt{\alpha(x)} \\ E_3 &= R_2\sqrt{R_1}(1-R_1) E_0 (\sqrt{\alpha(x)})^2 = E_2 \sqrt{R_1R_2} \sqrt{\alpha(x)} \\ E_{N+1} &= E_N \sqrt{R_1R_2} \sqrt{\alpha(x)} \quad \text{for } N \geq 2 \end{aligned} \tag{1}$$

where: E_0 – the amplitude of an electric vector of an incident wave; E_1 – the amplitude of an electric vector of i -incident wave; R_1, R_2 – reflectivity of the first and the second mirror of the interferometer respectively; $\alpha(x)$ – the attenuation coefficient of optical intensity of a light beam in the Fabry–Pérot cavity; x – length of the Fabry–Pérot cavity.

The resultant reflected scalar E_r wave is given by:

$$E_r = E_1 + E_2 + E_3 + \dots \tag{2}$$

and when changes the phase of the interfering beam is taken into consideration:

$$E_r = E_1 e^{i\delta} + E_2 e^{-i2\delta} + \dots + E_n e^{-i2N\delta} \tag{2.a}$$

where: δ – phase difference: $\delta = 4\pi \frac{n x}{\lambda}$, x – length of the Fabry–Pérot cavity.

Hence, it is possible to get the reflected intensity:

$$I_r = \langle E_r E_r^* \rangle \tag{3}$$

where: the brackets $\langle \rangle$ – denote time averages; the asterisk $*$ – the complex conjugation.

It is known that when the value of reflectivity of interferometer mirrors (R_1, R_2) is small and cavity length $x: x \gg \lambda$, then the transfer function of such interferometer is essentially of a two-beam interferometer [14]. Taking this into account, amplitudes E_{1r} and E_{2r} of waves reflected from the first and the second surface can be written as:

$$\left. \begin{aligned} E_{1r} &= -\sqrt{R_1} \cdot E_0 \\ E_{2r} &= (1-R_1) \sqrt{\alpha(x)R_2} \cdot E_0 \end{aligned} \right\} \tag{4}$$

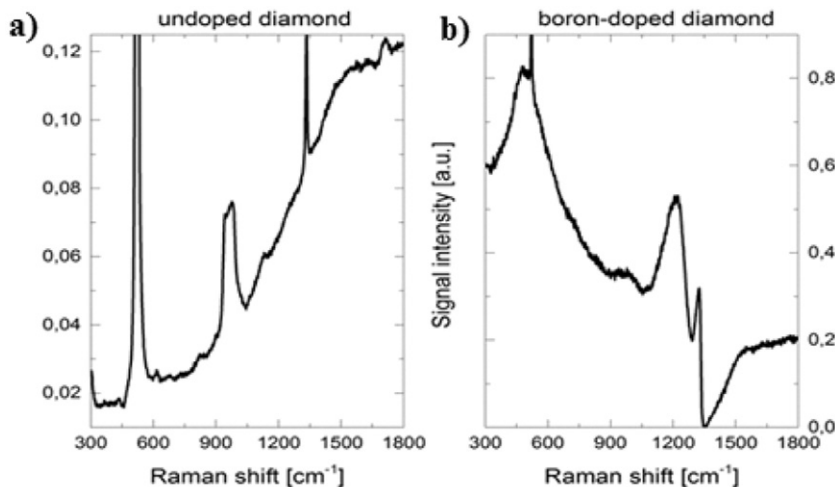


Fig. 2. Raman spectra of diamond thin films: a) undoped diamond, b) boron-doped diamond.

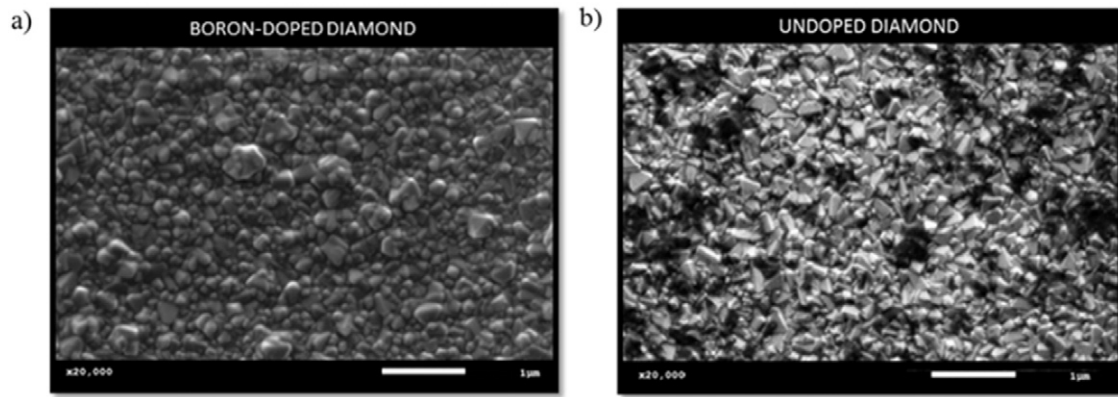


Fig. 3. SEM images of diamond films deposited on silicon substrate: a) boron-doped diamond, b) undoped diamond.

The optical intensity at the output of such interferometer can be expressed by Eq. (5) as follows:

$$I_r = I_c [1 + V_0 \cdot \cos \delta] \quad (5)$$

where: V_0 – the visibility of interference fringes, I_c – the static component of the optical signal expressed by:

$$I_c = I_0 [R_1 + (1 - R_1)^2 \cdot R_2 \alpha(x)] \quad (6)$$

$I_0 = E_0^2$ – the intensity of light incident on the first boundary surface of the interferometer.

In this situation V_0 visibility of the interference pattern (V_0) in the spectral domain is expressed [15]:

$$V_0 = \frac{2 \sqrt{\alpha(x) R_1 R_2 (1 - R_1)}}{R_1 + (1 - R_1)^2 \alpha(x) R_2} \quad (7)$$

In order to attain the best metrological parameters of the interferometer, the value of the visibility of the measured signal V_0 should get maximum what helps to decrease the required signal to noise ratio of the detection set-up.

It can be seen that the maximization of the visibility value of the measured signal V_0 can be done by the optimal choice of the Fabry–Pérot interferometer construction. A very important factor is to choose

optical parameters of the material from which the mirrors are made. Furthermore, one of the critical problems of the Fabry–Pérot construction is the proper fitting of the geometrical dimension of the cavity as it influences the attenuation coefficient and, therefore, the visibility of the optical signal intensity due to the divergence of a light beam in the Fabry–Pérot cavity.

3. Materials and method

3.1. Nanocrystalline diamond film growth

Diamond films were synthesized in an MWPACVD system (SEKI Technotron AX5400S, Japan) on silicon substrates (Si-100). The use of nanodiamond DMSO/PVA base slurry with crystallites size 4–7 nm. The substrates were seeded by means of spin-coating: 60 s with 4000 rpm.

Diamond thin films were deposited using the microwave plasma assisted chemical vapor deposition (μ PE CVD). The substrate temperature was approximately at 500 °C and the plasma excitation was achieved by the microwave radiation (2.45 GHz). The base pressure inside the chamber was 10^{-4} Torr and the process pressure 50 Torr. The mixture of hydrogen, methane (1%) and diborane: hydrogen mixture (for boron-doped samples – 5%, for undoped samples – 0%) filled the chamber. The doping level of boron in the gas phase was 10,000 ppm. The growth time was 60 min. Produced diamond films have thickness in the range of 200–300 nm.

3.2. Raman spectra of diamond films

The chemical composition of the thin diamond films was investigated by Raman spectroscopy, using a confocal Raman microscope. The system comprised of: an excitation source – 532 nm diode pumped solid state (DPSS) laser, a 50 \times magnification objective (NA = 0.75), and a 50 μ m confocal aperture diode. Spectra were recorded in the range of 200–3500 cm^{-1} with measurement integration time of 100 s.

The Raman spectra of diamond films deposited on silicon substrates are shown in Fig. 2. The spectra are typical to microcrystalline diamond films, which is also in good agreement with SEM images below (Fig. 3). Strong and sharp diamond peaks were observed for 1325 cm^{-1} . The sharp peak at 520 cm^{-1} is assigned to silicon substrate.

Moreover, for the samples of doped diamond a band derived from the boron doping (481 cm^{-1} and 1231 cm^{-1}) can be observed. The latter peak is asymmetrical. This phenomenon is attributable to the Fano effect [22]. It confirms the effective doping of the diamond films by boron atoms.

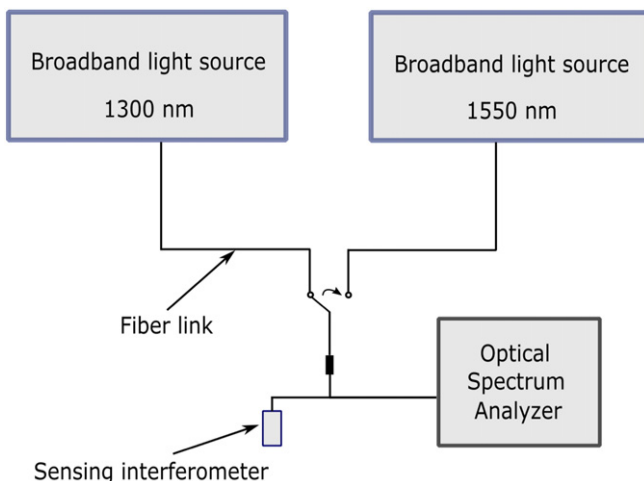


Fig. 4. The experimental set-up.

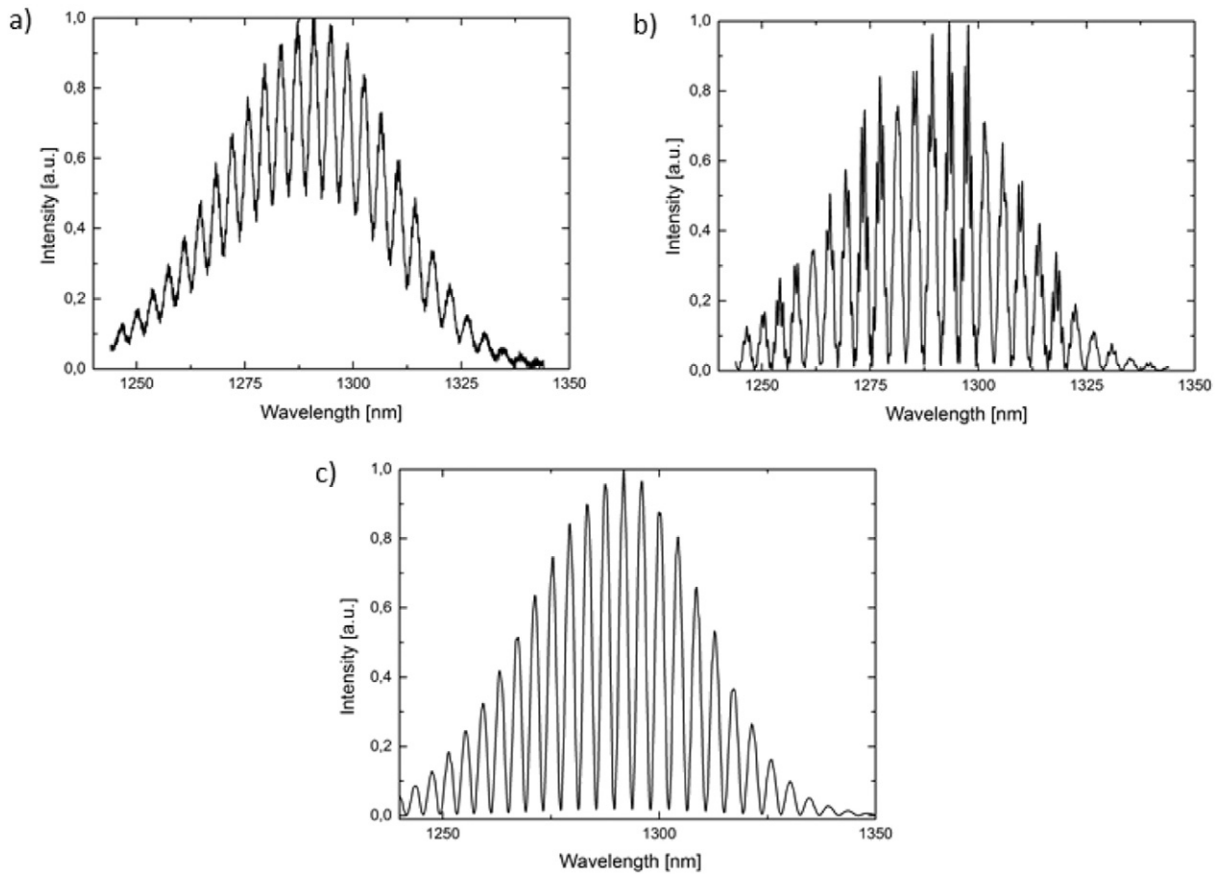


Fig. 5. The measurement signal from sensors with: a) the boron-doped diamond film, b) the undoped diamond film, c) the silver layer. During the experiment the light source with the central wavelength 1290 nm was used.

3.3. SEM images of diamond films

The scanning electron microscope with tungsten source and variable chamber pressure (VP-SEM) was used to define the surface of synthesized thin films.

Fig. 3 shows SEM micrographs of the diamond morphology on the silicon substrate. Complete coverage of the surface and the continuity of the layers can be observed. Decrease of crystallites size with the addition of boron dopant [23] can be observed for silicon substrates.

3.4. The fiber-optic Fabry–Pérot displacement sensor with thin diamonds films

In order to verify the possibility of using thin diamond films as a mirror of Fabry–Pérot displacement sensor, a few constructions of sensors were manufactured and tested. The structures consisted of diamond thin films with thickness of 200 nm grown on silicon substrate. Two kinds of diamond films were used: the undoped and boron-doped diamond films. The measurement system set-up is shown in Fig. 4.

The setup utilizes superluminescent diode with Gaussian spectral density (S1300-G-I-20: $\lambda = 1290$ nm, $\Delta\lambda_{FWHM} = 50$ nm and S-1550-G-I-20: $\lambda = 1550$ nm, $\Delta\lambda_{FWHM} = 45$ nm Superlum, Ireland) as a low coherence light source, connected to the sensor by a single-mode fiber SMF-28 and an Ando AQ6319 optical spectrum analyzer with resolution bandwidth set to 1 nm working as the detection setup. The fiber-optic Fabry–Pérot interferometer was formed by the uncoated end surface of the single-mode fiber and mirrors made from thin diamond films. This interferometer was connected to the measurement system. The response signals of the interferometer with different mirrors were recorded to choose optimal construction of the sensors to obtain the highest

value of visibility of the measured signal, defined as:

$$V = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max} + I_{\min}} \quad (8)$$

where: I_{\max} – the maximal intensity of the interference fringes, I_{\min} – the minimal intensity of the interference fringes.

The measured spectra of the signal from the Fabry–Pérot interferometer in different configuration are shown in Figs. 5 and 6. In the first set-up, the source with the central wavelength of 1290 nm was used. In the second the source with the central wavelength of 1550 nm was used. For each source three types of mirrors were investigated: silver – to obtain the reference signal, the undoped and the boron-doped diamond film deposited on the silicon substrate.

Based on the measurement spectra and Eq. (8) it was possible to achieve the best value of the visibility for each sensor configuration.

According to data in Table 1, it can be observed that the use of undoped thin films deposited on silicon substrate, as reflective surfaces, allows achieving even higher value of visibility as when the silver mirror is used. The value of the visibility of the measured signal when undoped diamond films deposited on silicon substrate are used is smaller, yet still acceptable and interesting for sensing applications. Boron doping has the influence on surface morphology and chemical structure as well optical properties: refractive index, extinction coefficient and absorption coefficient. Boron concentration has the effect of reduction of crystallite size.

4. Results and discussion

In the elaborated sensor, the difference between interfering beams reflected from mirrors of the Fabry–Pérot cavity depends on the

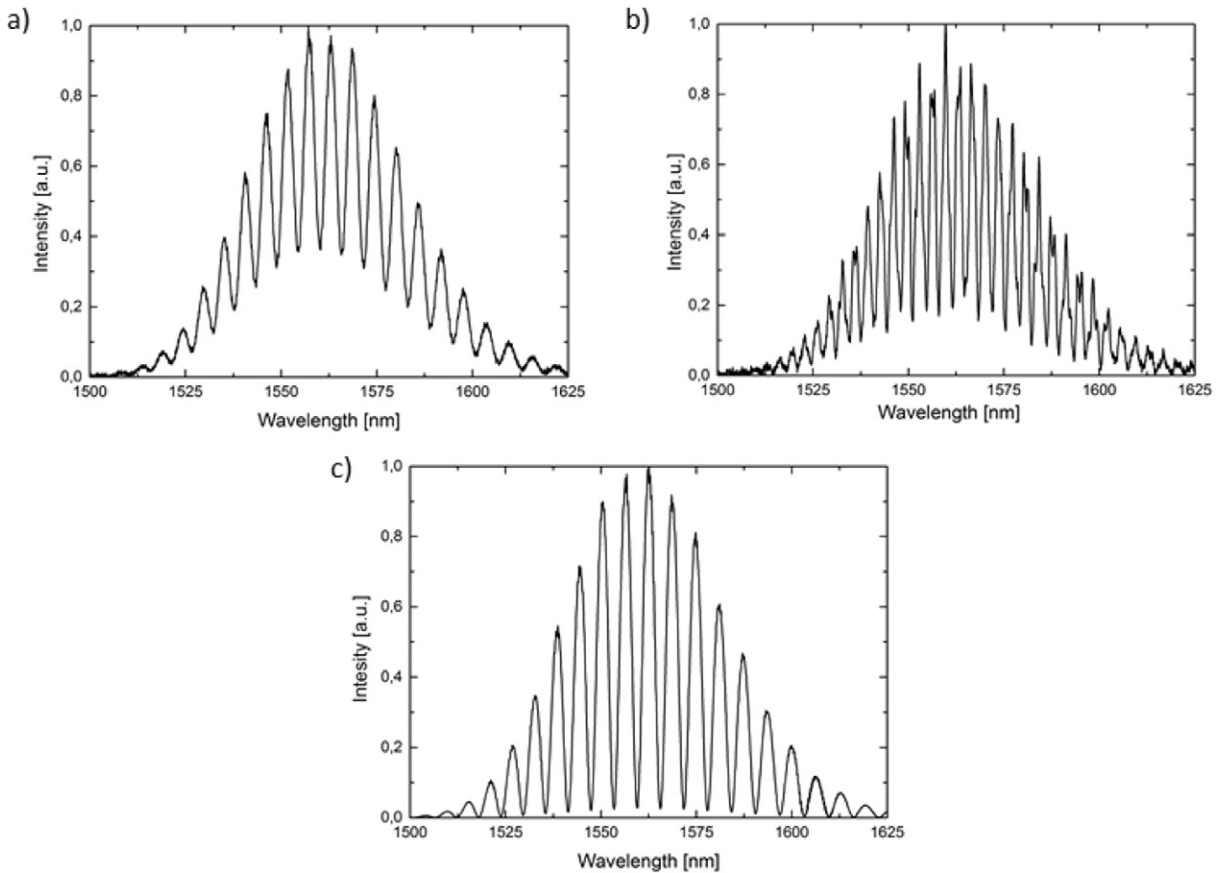


Fig. 6. The measurement signal from sensors with: a) the boron-doped diamond film, b) the undoped diamond film, c) the silver layer. During the experiment the light source with the central wavelength 1550 nm was used.

distance between them. Any change of the phase difference between interfering beams modifies the spectrum of the reflected signal $I(\nu)$ according to the following equation [21,24]:

$$I(\nu) = S(\nu)R(\nu) \quad (9)$$

where: $S(\nu)$ – the spectral distribution of the light source; $R(\nu)$ – reflectivity of the Fabry–Pérot sensing interferometer.

The measured signal obtained from sensors in different configurations is shown in Figs. 7, 8, and 9. Representative spectra measured for different displacements are presented.

The visibility of the measured signal presented in Figs. 7, 8, and 9 is good enough to confirm the validity of the designed approach. Comparing the spectra from each figure a) part measured for the distance 300 μm with part b) measured for the distance 450 μm it is possible to note the difference between the distances between maximums in the measured signal spectra caused by the change in the length of the interferometer cavity.

The analysis of the obtained spectra was based on the calculation of spectral separation for each measured displacement, ranging from 50 to

600 nm. The dependence of the displacement on the spectral separation is plotted in Fig. 10.

It can be noted that presented results are well characterized by non-linear dependence of displacement on the spectral separation. The analysis of the regression of obtained results indicates that it is possible to estimate a trend line of results. Equations describing trend lines in the form of exponential curves are presented in Fig. 10.

In order to assess whether the regression model explains the experimental results, coefficient of determination R^2 should be calculated. It is described by following expression:

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (x_p - \mu)^2}{\sum_{i=1}^N (\bar{x} - \mu)^2},$$

where x_p is the value expected by the regression model, μ is the mean, x is measured value of spectral separation.

Calculated coefficients of determination were also shown in Fig. 10 and are ranging from 0.9565 to 0.9967. This indicates that regression model fits almost perfectly to presented results.

Results were compared with results from silver mirror, commonly used as a reflective surface in the Fabry–Pérot interferometers. Characteristics of interferometers using different layers are shown in Fig. 11.

As can be seen in Fig. 11a, in case of measurements with a source with the central wavelength $\lambda = 1290$ nm, undoped and boron-doped diamond layers provide the similar sensitivity of a sensor as sensor with silver mirror.

In case of measurements with a source with the central wavelength $\lambda = 1550$ nm, boron-doped diamond is the layer that has similar characteristic of the spectral separation of the measured signal vs. the displacement as that for sensor with silver mirror. The characteristic of

Table 1
The visibility of the measured signal in the Fabry–Pérot interferometer.

Mirror material	The central wavelength of light source: 1290 nm	The central wavelength of light source: 1550 nm
Silver	94.3%	94.4%
Undoped diamond film on silicon substrate	95.6%	66.9%
Boron-doped diamond film on silicon substrate	33.4%	45.8%

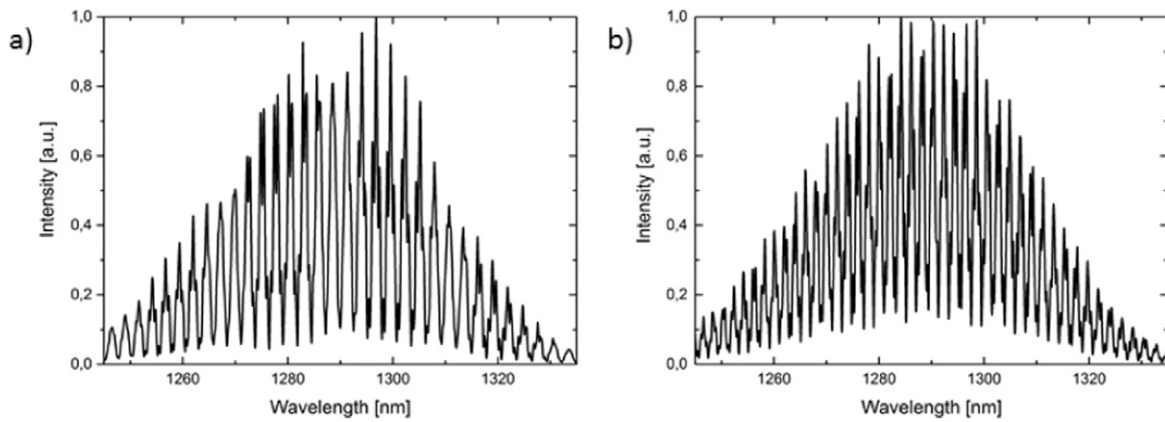


Fig. 7. The measurement signal with the central wavelength 1290 nm and the undoped diamond film. The length of Fabry–Pérot cavity is: a) 300 μm , b) 400 μm . The undoped diamond film was used.

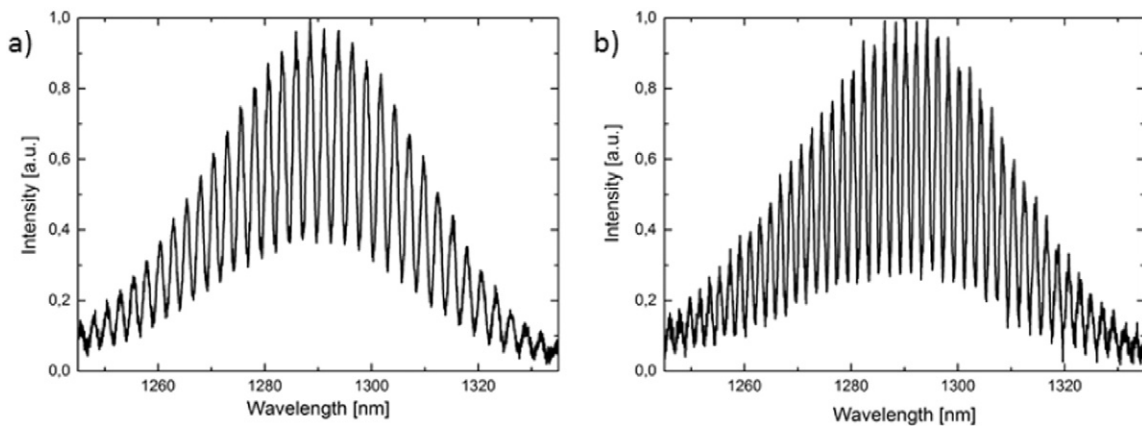


Fig. 8. The measurement signal with the central wavelength 1290 nm and the boron doped diamond film. The length of Fabry–Pérot cavity is: a) 300 μm , b) 400 μm .

undoped diamond has no such slope as silver mirror, but it provides sufficient sensitivity so it can be utilized in reflective layers. The boron-doped diamond characteristic deviates slightly from silver mirror, but considering the benefits of using this material in the reflective layer (e.g., resistance to mechanical damage and harmful chemical conditions), the result is satisfactory for sensor applications.

The sensor characterization was made in the distance range extending from 50 to 600 μm with resolution equal to 10 μm . The output signal was analyzed by measurement of the change of the spectral separation between the maxima in spectral pattern.

Bearing in mind the obtained results, it can be concluded that the examination of the diamond film, as the mirror in the fiber-optic Fabry–Pérot interferometric displacement sensor, proves its capability of the distance measurement along with satisfactory metrological parameters.

5. Conclusions

This article describes the use of thin diamond film as mirror of Fabry–Pérot displacement sensor. Diamond thin films were deposited using the microwave plasma assisted chemical vapor deposition on

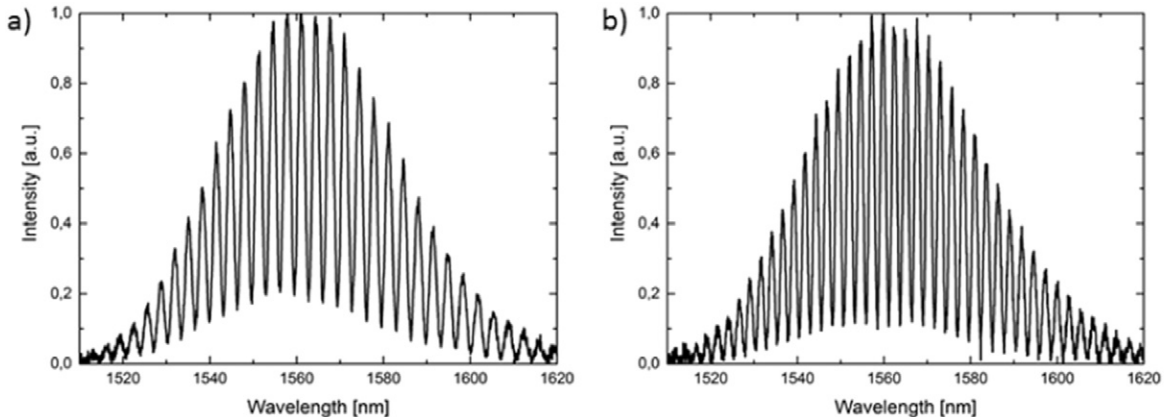


Fig. 9. The measurement signal with the central wavelength 1550 nm and the boron doped diamond film. The length of Fabry–Pérot cavity is: a) 350 μm , b) 450 μm .

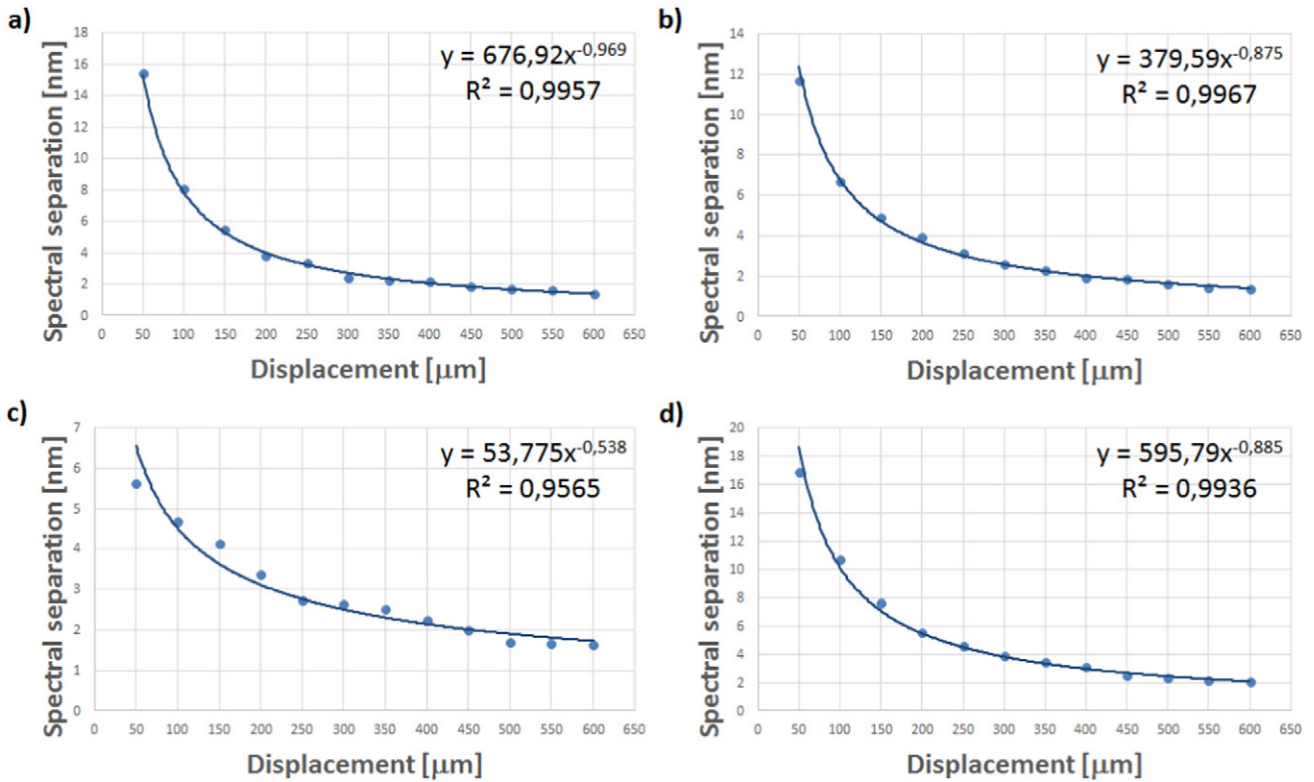


Fig. 10. The spectral separation of the measured signal vs. the displacement for: a) the undoped diamond and b) the boron-doped diamond film, and source with the central wavelength $\lambda = 1290$ nm; c) the undoped diamond and d) the boron-doped diamond, and source with the central wavelength $\lambda = 1550$ nm.

silicon substrates. The dependency of the fiber-optic interferometer signal on distance changes in the low-coherence measurement set-up with signal processing in spectral domain was examined. An asymmetric

configuration of the Fabry–Pérot interferometer working in reflective mode was implemented. Such an interferometer was selected due to its advantages that include the relatively simple configuration, potentially low manufacturing cost and high resolution of measurement. Moreover, owing to its small size, it makes it viable to take high spatial resolution measurements.

The examination of the sensors' metrological parameters proves its capability to measure the distance with good measurement parameters. The illustrated preliminary results provide the base for constructing biophotonic sensors ready for functional applications.

With a possible application of a fiber-optic low-coherence Fabry–Pérot interferometer as a biosensor, the reflective surface should be biocompatible with the measured sample (e.g., bodily fluids) and provide great chemical stability.

Prime novelty statement

Fabry–Pérot interferometer in fiber-optic configuration is widely used for sensing application. It can be constructed using various materials as reflective elements, e.g., silver mirrors, zinc oxide layers, and photonic fibers [1–5]. In this article we describe the first application of thin diamond films in a low-coherence fiber-optic Fabry–Pérot sensor. Furthermore, developed sensor was successfully used for displacement measurements.

1. Wei, T; Han, YK; Tsai, HL; Xiao, H; “Miniaturized fiber inline Fabry–Pérot interferometer fabricated with a femtosecond laser,” *Optics Letters* Vol. 33, Issue 6, pp. 536–538 (2008).

2. Choi, HY; Park, KS; Park, SJ; Paek, UC; Lee, BH; Choi, ES; “Miniature fiber-optic high temperature sensor based on a hybrid structured Fabry–Pérot interferometer,” *Optics Letters* Vol. 33, Issue 21, pp. 2455–2457 (2008).

3. Rao, YJ; “Recent progress in fiber-optic extrinsic Fabry–Pérot interferometric sensors,” *Optical Fiber Technology* Vol. 12, Issue 3, pp. 227–237 (2006).

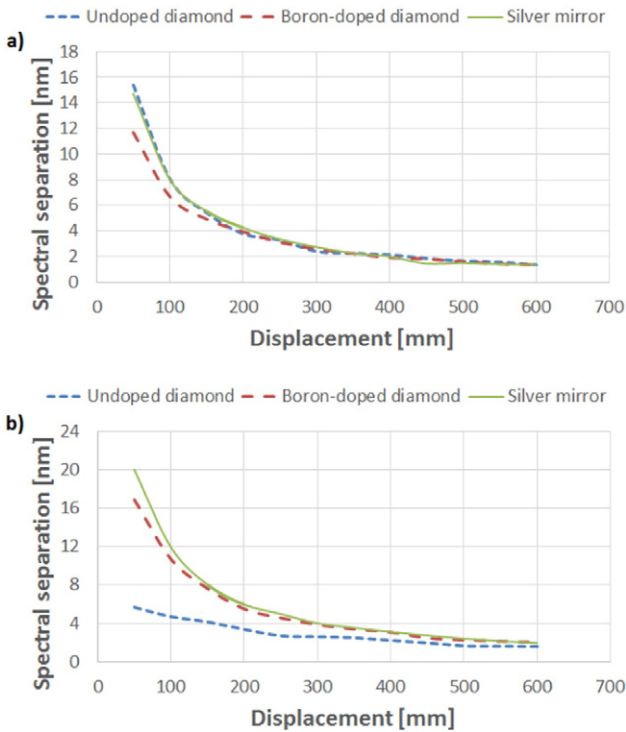


Fig. 11. The comparison of characteristics of interferometers using different layers: a) for a source with the central wavelength $\lambda = 1290$ nm; b) for a source with the central wavelength $\lambda = 1550$ nm.

4. Murphy, KA; Gunther, MF; Vengsarkar, AM; Claus, RO; "Quadrature phase-shifted, extrinsic Fabry–Perot optical fiber sensors," *Optics Letters* Vol. 16, Issue 4, pp. 273–275 (1991).

5. Fan, XD; White, IM; Shopova, SI; Zhu, HY; Suter, JD; Sun., YZ; "Sensitive optical biosensors for unlabeled targets: A review," *Analytica Chimica Acta* Vol. 620, Issue 1–2, pp. 8–26 (2008).

Acknowledgments

This study was partially supported by the National Science Centre, Poland grant no. 2011/03/D/ST7/03540 and DS Funds of the Faculty of Electronics, Telecommunications and Informatics, Gdańsk University of Technology.

References

- [1] M. Jędrzejewska-Szczerska, P. Wierzbą, A.A. Chaaya, M. Bechelany, P. Miele, R. Viter, A. Mazikowski, K. Karpienko, M.S. Wróbel, ALD thin ZnO layer as an active medium in a fiber-optic Fabry–Perot interferometer, *Sensors Actuators A Phys.* 221 (2015) 88–94.
- [2] K. Karpienko, M.S. Wróbel, M. Jędrzejewska-Szczerska, Determination of refractive index dispersion using fiber-optic low-coherence Fabry–Perot interferometer: implementation and validation, *Opt. Eng.* 53 (7) (2014).
- [3] D. Duraibabu, K. Kalli, G. Leen, G. Dooly, E. Lewis, J. Kelly, M. Munroe, Recent improvement of medical optical fibre pressure and temperature sensors, *Biosensors* 5 (3) (2015) 432–449.
- [4] Md.R. Islam, M.M. Ali, M. Lai, K. Lim, H. Ahmad, Chronology of Fabry–Perot interferometer fiber-optic sensors and their applications: a review, *Sensors* 14 (4) (2014) 7451–7488.
- [5] Y. Rao, M. Deng, D. Duan, T. Zhu, In-line fiber Fabry–Perot refractive-index tip sensor based on endlessly photonic crystal fiber, *Sensors Actuators A Phys.* 148 (1) (2008) 33–38.
- [6] J. Eom, C. Park, B.H. Lee, J. Lee, I. Kwon, E. Chung, Fiber optic Fabry–Perot pressure sensor based on lensed fiber and polymeric diaphragm, *Sensors Actuators A Phys.* 225 (2015) 25–32.
- [7] W.J. Wang, R.M. Lin, D.G. Guo, T.T. Sun, Development of a novel Fabry–Perot pressure microsensor, *Sensors Actuators A Phys.* 116 (1) (2004) 59–65.
- [8] C. Lin, F. Tseng, A micro Fabry–Perot sensor for nano-lateral displacement sensing with enhanced sensitivity and pressure resistance, *Sensors Actuators A Phys.* 114 (2) (2004) 163–170.
- [9] M. Jiang, E. Gerhard, A simple strain sensor using a thin film as a low-finesse fiber-optic Fabry–Perot interferometer, *Sensors Actuators A Phys.* 88 (1) (2001) 41–46.
- [10] M. Jędrzejewska-Szczerska, Response of a new low-coherence Fabry–Perot sensor to hematocrit levels in human blood, *Sensors* 14 (4) (2014) 6965–6976.
- [11] M. Jędrzejewska-Szczerska, Measurement of complex refractive index of human blood by low-coherence interferometry, *Eur. Phys. J. Spec. Top.* 222 (9) (2013) 2367–2372.
- [12] M. Jędrzejewska-Szczerska, M. Gnyba, Optical investigation of hematocrit level in human blood, *Acta Phys. Pol. A* 120 (4) (2011) 642–647.
- [13] K.T.V. Grattan, B.T. Meggitt, *Optical Fiber Sensor Technology*, Kluwer Academic Publisher, Boston, 2000.
- [14] B. Culshaw, J. Dakin, *Optical Fiber Sensors: Systems and Applications*, Norwood, Artech House, 1989.
- [15] T. Liu, D. Brooks, A. Martin, R. Badcock, G. Fernando, Design, fabrication, and evaluation of an optical fiber sensor for tensile and compressive strain measurements via the use of white light interferometry, *Proc. SPIE* 2718 (1996) 408–416.
- [16] M. Sobaszek, Ł. Skowroński, R. Bogdanowicz, K. Siuzdak, A. Cirocka, P. Zięba, M. Gnyba, M. Naparty, Ł. Gołuński, P. Płotka, Optical and electrical properties of ultrathin transparent nanocrystalline boron-doped diamond electrodes, *Opt. Mater.* 42 (2015) 24–34.
- [17] A.V. Sukhadolau, E.V. Ivakin, V.G. Ralchenko, A.V. Khomich, A.V. Vlasov, A.F. Popovic, Thermal conductivity of CVD diamond at elevated temperatures, *Diam. Relat. Mater.* 14 (2005) 589–593.
- [18] X. Checoury, D. Neel, P. Boucaud, C. Gesset, H. Girard, S. Saada, P. Bergonzo, Nanocrystalline diamond photonics platform with high quality factor photonic crystal cavities, *Appl. Phys. Lett.* 101 (2012) 171115.
- [19] J. Stotter, S. Haymond, J.K. Zak, Y. Show, Z. Cvackova, G.M. Swain, Optically transparent diamond electrodes for UV–vis and IR spectroelectrochemistry, *Interface* 12 (2003) 33.
- [20] M. Amaral, A.G. Dias, P.S. Gomes, M.A. Lopes, R.F. Silva, J.D. Santos, M.H. Fernandes, Nanocrystalline diamond: on vitro biocompatibility assessment by MG63 and human bone marrow cells cultures, *J. Biomed. Mater. Res.* 87 (1) (2008) 91–99.
- [21] P. Hariharan, *Optical Interferometry*, second ed. Academic Press Elsevier Science, San Diego, 2003.
- [22] A. Zimmer, O.A. Williams, K. Haenen, H. Terryn, Optical properties of heavily boron-doped nanocrystalline diamond films studied by spectroscopic ellipsometry, *Appl. Phys. Lett.* 93 (2008) 131910.
- [23] X.Z. Liao, R.J. Zhang, C.S. Lee, S.T. Lee, Y.W. Lam, The influence of boron doping on the structure and characteristics of diamond thin films, *Diam. Relat. Mater.* 6 (1997) 521–525.
- [24] S. Egorov, A. Mamaev, I. Likhachiev, High reliable, self-calibrated signal processing method for interferometric fiber-optic sensors, *Proc. SPIE* 2594 (1996) 193–197.

B. ALD thin ZnO layer as an active medium in a fiber-optic Fabry-Perot interferometer

Samodzielny wkład autora rozprawy w powstanie tej publikacji polegał na udziale w:

1. Przeprowadzeniu eksperymentów z wykorzystaniem interferometrii niskokoherencyjnej, których wyniki wykorzystano w publikacji;
2. Napisaniu części manuskryptu.





ALD thin ZnO layer as an active medium in a fiber-optic Fabry–Perot interferometer



M. Jędrzejewska-Szczerska^{a,*}, P. Wierzba^{a,*}, A. Abou Chaaya^b, M. Bechelany^b, P. Miele^b, R. Viter^{c,d}, A. Mazikowski^a, K. Karpienko^a, M. Wróbel^a

^a Gdańsk University of Technology, Department of Electronics, Telecommunication and Informatics, 11/12 Narutowicza, 80-233 Gdańsk, Poland

^b Institut Européen des Membranes, UMR 5635 ENSCM UM2 CNRS, Université Montpellier 2, Place Eugène Bataillon, 34095 Montpellier, France

^c Experimental Physics Department, Odessa National I.I. Mechnikov University, 42, Pastera str., 65026 Odessa, Ukraine

^d Institute of Atomic Physics and Spectroscopy, University of Latvia, 19 Raina Blvd., LV 1586 Riga, Latvia

ARTICLE INFO

Article history:

Received 4 June 2014

Received in revised form 3 November 2014

Accepted 3 November 2014

Available online 13 November 2014

Keywords:

Fiber-optic sensor

Atomic layer deposition

Zinc oxide

Fabry–Perot interferometer

ABSTRACT

A novel optical fiber sensor of temperature using a thin ZnO layer fabricated by atomic layer deposition (ALD) is demonstrated for the first time. The thin ZnO layer was grown on the face of a standard optical telecommunication fiber SMF-28 and operates as a Fabry–Perot interferometer sensitive to temperature. The interferometer characterization was made in the temperature range extending from 50 to 300 °C with resolution equal to 1 °C. The output signal was analyzed by measurement of the shift of the maxima in spectral pattern. The sensitivity of temperature measurement is about 0.05 nm/°C. Furthermore, very good linearity of the sensor was achieved with correlation coefficient $R^2 = 0.9984$.

© 2014 Elsevier B.V. All rights reserved.

1. Introduction

Optical fiber sensors are successfully used not only in research laboratories but also in medicine and in many areas of industry. They can measure various physical quantities, especially: temperature, humidity and distance [1–4]. Fiber optic sensors possess unique advantages such as: immunity to electromagnetic field, small dimensions and light weight. At present, fabrication of an optical fiber sensor with the commonly used devices can be simple and inexpensive, which makes the use of fiber optic sensor more attractive than ever. Therefore, there is a need for materials that could serve as a sensing layer in optical fiber sensors. Such layer must be sensitive to changes, in a selected physical quantity, and it must have a good adhesion to an optical fiber (usually to a silica glass fiber of diameter of 125 μm) [5,6].

On the other hand, in recent years, zinc oxide (ZnO) has drawn attention of many researches as a very promising semiconducting material. Usually, the researchers focus on the use of electro-optical

properties of ZnO, which can be used in optoelectronic devices, such as optoelectronic modulators [7,8]. The other, common use of ZnO layer is in the field of opto-chemical gas [9,10] or humidity sensors [11]. Application of ZnO layers in optical fiber sensors as a sensing medium, usually requires utilization of a physical phenomenon such as a surface plasmon resonance [12] (which requires functionalization of sensor's surfaces) or the extensive use of specialized components such as dedicated planar waveguide [13] or expensive sapphire fiber [14].

Ultrathin ZnO films have been synthesized using different deposition techniques such as sol–gel, chemical vapor deposition, electrodeposition, RF sputtering and atomic layer deposition [15]. Among these techniques ALD appears to be one of the most promising techniques due to its simplicity, reproducibility and the high conformity of the obtained films. ALD is an innovative deposition technique which allows the fabrication of metal oxide thin films with tunable structural properties (thickness, grain size, chemical composition, texture, surface morphology and defect concentration). These properties are tailored by changing process conditions such as temperature, thickness or doping, as well as by selection of the substrate material [16,17], and have a strong impact on optical, mechanical, electrical and other fundamental properties of the ZnO layers [18,19].

In this paper, an optical fiber sensor based on ZnO thin film for temperature measurement is presented. The sensor employs

* Corresponding authors at: Gdańsk University of Technology, Department of Electronics, Telecommunication and Informatics, 11/12 Narutowicza, 80-233 Gdańsk, Poland. Tel.: +48 583471361.

E-mail addresses: mjdrzej@eti.pg.gda.pl (M. Jędrzejewska-Szczerska), wierzba@eti.pg.gda.pl (P. Wierzba).

<http://dx.doi.org/10.1016/j.sna.2014.11.001>

0924-4247/© 2014 Elsevier B.V. All rights reserved.

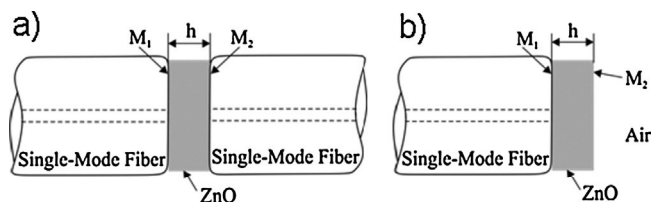


Fig. 1. Fabry–Perot interferometer with the cavity made of a ZnO layer: (a) symmetric configuration, (b) asymmetric configuration; h is the thickness of the cavity, M_1 , M_2 are the cavity mirrors.

low-coherence interferometry techniques to interrogate a Fabry–Perot sensing interferometer filled with ZnO thin film, deposited by the use of atomic layer deposition (ALD) on the end-face of the standard single-mode optical fiber (SMF-28). In order to attain the best metrological parameters of the setup, the transmission function of the Fabry–Perot interferometer was analyzed and its construction was optimized.

2. Theory

The zinc oxide thin films can be used in two basic extrinsic Fabry–Perot fiber interferometer types, as shown in Fig. 1. The cavity mirrors M_1 and M_2 use Fresnel reflection at the boundary between the ZnO layer and the surrounding medium (i.e. optical fiber or air).

The Fabry–Perot interferometer in symmetric configuration, shown in Fig. 1a, can work both in the transmission and the reflection mode, while the asymmetric configuration, shown in Fig. 1b, can be used only in the reflection mode. The latter configuration is much more versatile, as it has a greater contact area with the surrounding medium and provides free access to the mirror M_2 . What is also significant, the transmission function of a Fabry–Perot interferometer with optimized parameters can be approximated by a two-beam interferometer, which simplifies measured signal processing [20]. Therefore, for further analysis authors decided to use the Fabry–Perot interferometer in an asymmetric configuration.

For mathematical description, the following assumptions were made:

- (1) the deposited ZnO films do not exhibit the birefringence;
- (2) the refractive index of the ZnO films in the spectral region of interest, i.e. from about 600 nm to about 1600 nm, changes from 2.00 to 1.89, whilst the refractive index of media surrounding such film will be assumed to be lower than that of ZnO;
- (3) thickness of the film deposited on the fiber end-face is limited to 310 nm. Therefore, when such a film is illuminated by a near-Gaussian beam from a single mode fiber, the diameter of the beam does not increase appreciably in its path in the interferometer.

Based on the above assumptions, it is possible to describe the Fabry–Perot interferometer using traditional plane wave model, where the amplitudes of the Gaussian beams incident on and propagating in the interferometer are described by the formulas derived for plane waves. The analysis of the asymmetric Fabry–Perot interferometer, presented in Fig. 1b, is complicated, as the reflectivities of mirrors M_1 and M_2 are no longer equal. The reflectivity \mathfrak{R}_1 of mirror M_1 is given by [21]:

$$\mathfrak{R}_1 = \left(\frac{n_2 - n_1}{n_2 + n_1} \right)^2 \quad (1)$$

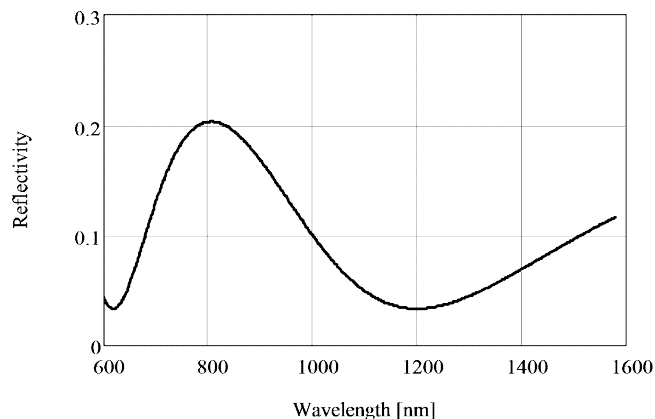


Fig. 2. Reflectivity $R(\lambda)$ of an asymmetric Fabry–Perot interferometer with the cavity made by filled by a ZnO layer in the spectral range from 420 nm to 1580 nm.

where n_2 is the refractive index of the ZnO layer and n_1 is the effective refractive index of the fiber. Similarly, reflectivity \mathfrak{R}_2 of mirror M is given by [21]:

$$\mathfrak{R}_2 = \left(\frac{n_2 - n_3}{n_2 + n_3} \right)^2 \quad (2)$$

where n_3 is the refractive index of the surrounding medium (e.g. air).

Assuming that ZnO has higher refractive index than the two media surrounding it and employing the same technique as that presented in chapter 7.6 of [21] for the case where $\mathfrak{R}_1 \neq \mathfrak{R}_2$, one can express reflectivity R of an asymmetric Fabry–Perot interferometer by [21]:

$$R = \frac{\mathfrak{R}_1 + \mathfrak{R}_2 - 2\sqrt{\mathfrak{R}_1\mathfrak{R}_2}\cos\delta}{1 + \mathfrak{R}_1\mathfrak{R}_2 - 2\sqrt{\mathfrak{R}_1\mathfrak{R}_2}\cos\delta}, \quad (3)$$

where \mathfrak{R}_1 and \mathfrak{R}_2 are the reflectivity of the cavity mirror M_1 and M_2 , respectively, ϕ is the phase difference given by [21]:

$$\phi = \frac{4\pi}{\lambda_0}nh, \quad (4)$$

where λ_0 is the wavelength in vacuum, h is the thickness of the ZnO layer, n is the refractive index of the layer.

The refractive index of ZnO layer is given by [22]:

$$n^2 = 2.81418 + \frac{0.87968\lambda^2}{\lambda^2 - 0.3042^2} - 0.0711\lambda^2, \quad (5)$$

where λ is the wavelength expressed in μm .

Based on the numerical model outlined above, calculation worksheets were created in MathCAD v. 11 and reflection characteristics of the asymmetric Fabry–Perot interferometer was calculated. The calculations of reflectivity R as a function of wavelength λ were again conducted for 310 nm layer thickness values. The results are presented in Fig. 2.

The decrease of refractive index of the medium behind mirror M_2 , results in a substantial increase in reflectivity of the interferometer. It should be also noted that $R(\lambda)$ does not fall to zero, because of substantial difference in reflectivity of mirrors M_1 and M_2 .

Optical fiber Fabry–Perot sensing interferometers is seldom used as intensity sensors. Most commonly, the detection relies on spectral processing, implemented either using a broadband source and optical spectrum analyzer, or using a tunable laser and a detector, to minimize the impact of intensity fluctuations on the measurement result. More spectral processing techniques require at least half of the fringe to be covered by the spectrum of the source. In the case of considered ZnO films, such requirement can be fulfilled for the 310 nm film in the range of 650–1000 nm of wavelength.

3. Experimental

3.1. Preparation of ZnO thin layer by ALD

Diethyl Zinc (DEZ) ($\text{Zn}(\text{CH}_2\text{CH}_3)_2$, 95% purity, CAS: 557-20-0) was purchased from Sigma Aldrich. Silicon wafer p-type (100) was obtained from Institute of Electronic Materials Technology (Warsaw, Poland) and Glass substrates from ChemLand (Stargard Szczeciński, Poland), as well as SMF-28 optical fiber. Substrates were pre-cleaned in acetone, ethanol and de-ionized water for 5 min to remove organic contaminants. A custom-made ALD reactor was used for the synthesis of zinc oxide thin films. ALD was achieved using sequential exposures of DEZ and H_2O separated by a purge of nitrogen with a flow rate of 100 sccm. The deposition regime for ZnO consisted of 0.1 s pulse of DEZ, 20 s of exposure to DEZ, 40 s of purge with nitrogen followed by 2 s pulse of H_2O , 30 s of exposure to H_2O and finally 60 s purge with nitrogen. 1250 cycles were deposited on Si substrates, on glass substrates and optical fibers at 100°C .

3.2. Characterization of the sensing layer

Structural properties of ZnO films were characterized by Scanning electron microscopy (SEM), Ellipsometry, Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) and Grazing Incidence X-ray diffraction (GIXRD). The morphology of the surface was studied using an Asylum Research MFP-3D Atomic Force Microscope, operating in tapping mode and equipped with a commercial silicon tip. The size of the AFM images was $3\text{ mm} \times 3\text{ mm}$. SEM measurements were performed using a Hitachi S-4800 microscope and EDX on Hitachi S-4500 coupled with a Thermofisher EDX detector. The thicknesses of ZnO layers were measured using a Semilab GES5E spectroscopic ellipsometer (extended visible: 1.23–5 eV). Structural characterizations by GIXRD were performed using Bruker D5000.

Optical properties on ZnO thin films have been studied with UV–vis transmittance (UV–vis spectrophotometer Shimadzu UV-1700, the spectral range 300–1100 nm, 1 nm step) and photoluminescence spectroscopy (the spectral range 370–800 nm). The excitation of luminescence was performed by a solid state laser source (Nd:YAG, LCS-DTL-374QT, Russia, 355 nm, $13\text{ mW}/\text{cm}^2$). The registration of the emitted spectra was provided by an experimental setup described by Abou Chaaya et al. [23].

3.3. Measurement of metrological properties of the fiber optic ZnO sensor

In order to verify the possibility of using ZnO thin layer on the top of optical fiber as a Fabry–Perot temperature sensor, a series of test structures were manufactured [15] and tested. The structures consisted of a layer of ZnO grown using ALD on the end face of SMF-28 fiber. The designed thickness of the layer was 310 nm. The measurement system, used employed to test these structures, is shown in Fig. 3. It consists of a superluminescent diode (Superlum Broadlighter S930, Gaussian spectral density, $\lambda_{\text{MAX}} = 932.4\text{ nm}$, $\Delta\lambda_{\text{FWHM}} = 66.1\text{ nm}$) acting as a light source, connected to the test structure by a single-mode fiber, an Ando AQ6319 optical spectrum analyzer with resolution bandwidth set to 1 nm working as the detection setup and temperature calibrator Ametek ETC-400A.

In the elaborated test structures, phase difference between interfering beams reflected from the ZnO thin film surfaces depending on the temperature. Any change of the phase difference between interfering beams modifies the spectrum of reflected signal $I(\nu)$ according to [23]:

$$I(\nu) = S(\nu)R(\nu) \quad (6)$$

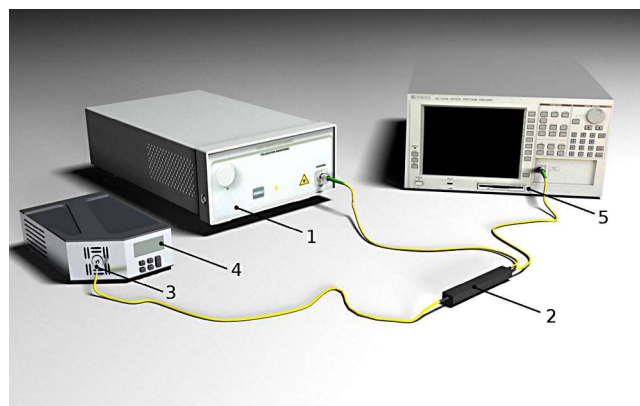


Fig. 3. The experimental set-up: (1) superluminescent diode; (2) fiber-optic coupler; (3) Fabry–Perot interferometer; (4) temperature calibrator; (5) optical spectrum analyzer.

where $S(\nu)$ is the spectral distribution of the light source; $R(\nu)$ is the reflectivity of the Fabry–Perot sensing interferometer.

4. Results and discussion

4.1. ZnO layer characterization

Fig. 4a shows the SEM images of ALD ZnO thin films deposited on Si substrates with 1250 cycles. The images indicate a conformal coating of the Si substrate by the ALD ZnO films. The ZnO films develop a rough surface with columnar growth. GIXRD diffraction patterns of ZnO thin films are shown in Fig. 4b. The SEM image confirms the 310 nm ZnO thickness calculated based on the growth per cycles for ZnO films observed elsewhere (GPA = 0.25 nm). GIXRD diffraction (Fig. 4b) shows peaks at $2\theta = 31.74^\circ$, 34.42° and 36.22° , respectively, corresponding to (100), (002) and (101) of ZnO as generally observed with the ZnO thin films deposited by Abou Chaaya et al. [23]. The AFM image of ZnO film is shown in Fig. 4c. The sample showed good polycrystalline structure with well-shaped nanograins. The average size of the nanograins was 40–60 nm. The surface roughness value (Rms) was 2.82 nm. Transmittance spectra of ZnO layer is shown in Fig. 4d. The samples were transparent in the range of wavelengths 440–1100 nm. The absorption edge of the ZnO film at 340–440 nm is typical for ZnO nanostructures. Optical density ($\text{OD} = \ln(1/T)$, where T is transmittance) was used for calculations of band gap [23,25]. The band gap of ZnO film estimated according to Abou Chaaya et al. [23,25] was 3.28 eV (Fig. 4e).

Room temperature photoluminescence spectrum of ZnO is shown in Fig. 4f. Two emission bands in UV and Visible range are observed. The analysis of the spectrum performed by Origin software showed single peak positions. The peaks in UV region at 3.3 eV, 3.25 eV and 3.16 eV correspond to free (FX), bound (D^0X) excitons and the phonon replica, respectively [24–26]. The peaks at visible range at 2.24 and 1.9 eV correspond to the structural defects: oxygen vacancy and interstitial oxygen, respectively [15,24].

4.2. Measured signal vs. temperature

The dependence of the measured signal spectra of presented interferometer on the temperature ranging from 50 to 300°C is plotted in Fig. 5a and b. The positions of the maxima in the spectral pattern shift to shorter wavelengths during heating.

Similarly, the spectra of the measured signal acquired during cooling (from 300 to 50°C) are shown in Fig. 6.

It can be noted that the position of maxima in the spectral pattern shift to the longer wavelengths during cooling.

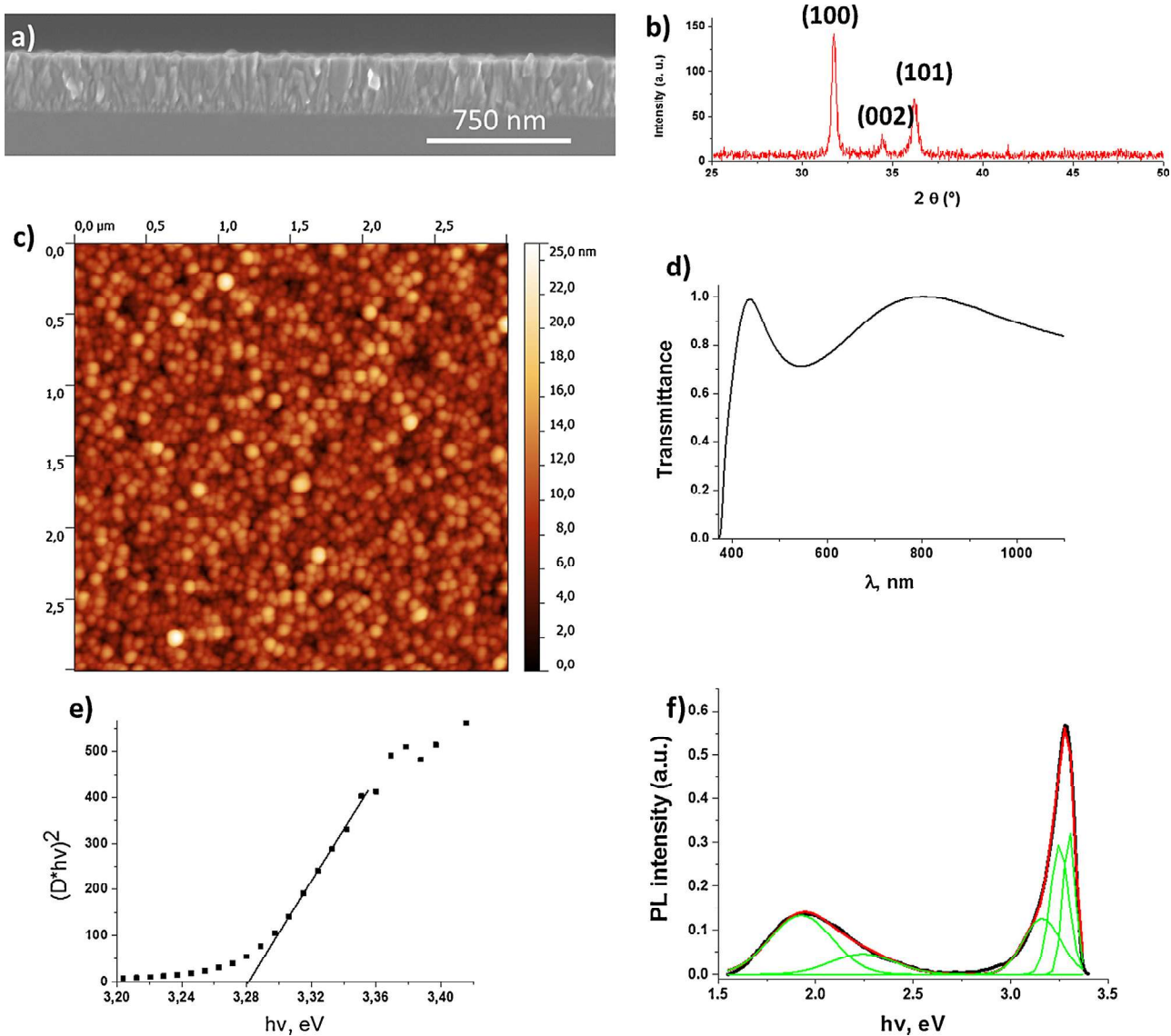


Fig. 4. (a) The SEM cross section image of ZnO ALD films deposited on Si substrates with 1250 cycles, (b) GIXRD, (c) AFM image, (d) transmittance spectra, (e) band gap calculation of ZnO film and (f) room temperature photoluminescence spectrum of ZnO film.

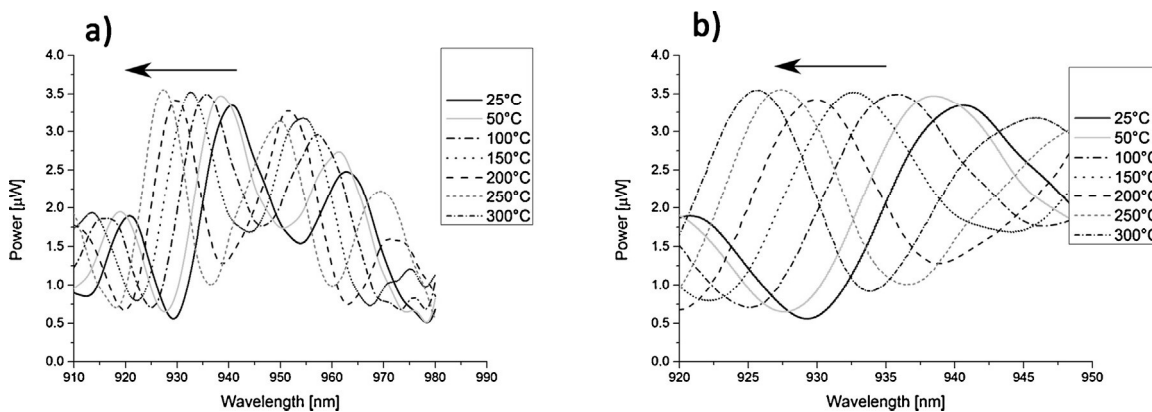


Fig. 5. The spectra of measured signal during heating: (a) in full measured range (910–980 nm); (b) in the range of 920 to 950 nm.

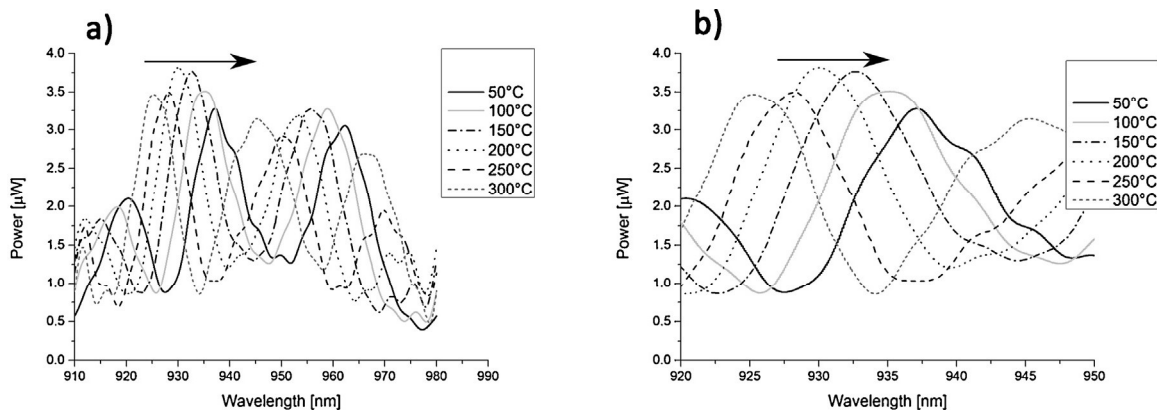


Fig. 6. The spectra of measured signal during cooling: (a) in full measured range (910–980 nm); (b) in the range of 920 to 950 nm.

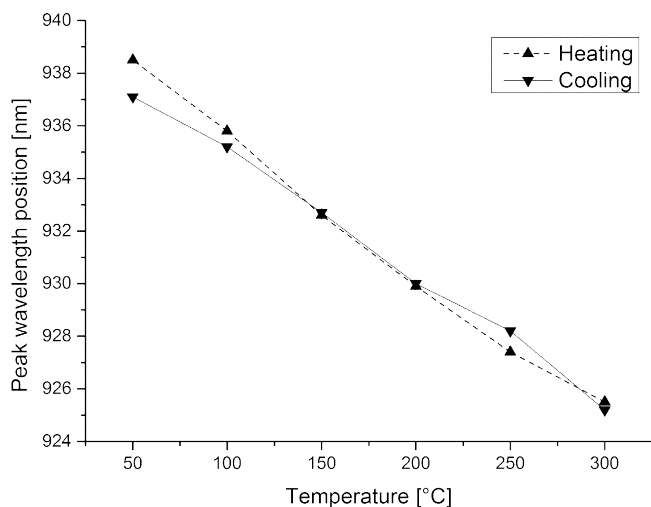


Fig. 7. The dependence of the spectral shift of measured signal on the temperature.

The dependence of the position of maxima in the spectral pattern on the temperature during cooling and heating is shown in Fig. 7. It should be noticed that the maximum position changing per temperature unit is almost constant over the investigated range.

The interferometer characterization was made in the temperature range extending from 50 to 300 °C with resolution equal to 1 °C. The output signal was analyzed by measurement of the shift of the maxima in spectral pattern. The shift of the investigated maxima of the spectral pattern equal to 13 nm was achieved in investigated temperature range, thus the obtained sensitivity of temperature measurement can be estimated as about 0.05 nm/°C. Furthermore, we achieved very good linearity of the sensor with correlation coefficient $R^2 = 0.9984$.

The main difficulty during experiment was associated with analysis of the measurement signal, as the SMF-28 fiber working at the wavelength of $\lambda = 932.4$ nm caused it to support the propagation of two modes. This resulted in the interference of the two modes on the detector, seen in Figs. 4 and 5, as periodic fringes modulating the reflectance spectrum. This modulation does not impair the measurement process.

Taking into account the above results, we can say that the investigation of the ALD ZnO layer as an active medium in the fiber-optic Fabry–Perot interferometer confirms its viability of the temperature measurement with acceptable metrological parameters.

5. Conclusions

In this article the use of ALD ZnO thin layer as an active medium of Fabry–Perot interferometer has been presented. The dependence of the fiber-optic interferometer signal on temperature changes in the low-coherence measurement set-up with signal processing in spectral domain was investigated. The asymmetric configuration of the Fabry–Perot interferometer working in reflective mode was implemented. This interferometer was chosen because of its advantages: relatively simple configuration, potentially low cost, high resolution. Furthermore, because of its small size, it is possible to make nearly point-wise temperature measurement.

The investigation of the ALD ZnO layer as an active medium in the fiber-optic Fabry–Perot interferometer confirms its ability to measure temperature with acceptable/good measurement parameters. For the first time, the fiber-optic temperature interferometric sensor in Fabry–Perot configuration was built with a ALD ZnO 310 nm-thick layer on the top of a conventional SMF-28 fiber. Presented preliminary results form the basis for building a temperature sensor ready for practical applications.

Acknowledgements

This study was partially supported by The Foundation for Polish Science Fundacja na rzecz Nauki Polskiej project under grant no. 48/UD/SKILLS/2014, National Science Center, Poland grant no. 2011/03/D/ST7/03540 and DS Projects of the Faculty of Electronics, Telecommunications and Informatics, Gdańsk University of Technology, (project no. DS.VIII-1) as well as FOTONIKA–LV (FP7-REGPOT-CT-2011-285912) BIOSENSORS-AGRICULT (PIRSES-GA-2012-318520).

References

- [1] K.T.V. Grattan, B.T. Meggitt, *Optical Fiber Sensor Technology*, Kluwer Academic Publisher, Boston, MA, 2000.
- [2] J. Lopez-Higueria, *Handbook of Optical Fiber Sensing Technology*, Wiley, New York, NY, 2002.
- [3] P. Venancio, R. Cottis, R. Narayanaswamy, et al., Optical sensors for corrosion detection in airframes, *Sens. Actuators, B: Chem.* 182 (2013) 774–781.
- [4] K. Bohnert, P. Gabus, J. Kostovic, et al., Optical fiber sensors for the electric power industry, *Opt. Laser Eng.* 43 (2005) 511–526, <http://dx.doi.org/10.1016/j.optlaseng.2004.02.008>.
- [5] R. Bogdanowicz, M. Smietana, M. Gnyba, et al., Nucleation and growth of CVD diamond on fused silica optical fibres with titanium dioxide interlayer, *Phys. Status Solidi A: Appl. Mater. Sci.* 210 (2013) 1991–1997, <http://dx.doi.org/10.1002/pssa.201300096>.
- [6] M. Jędrzejewska-Szczerska, R. Bogdanowicz, M. Gnyba, et al., Fiber-optic temperature sensor using low-coherence interferometry, *Eur. Phys. J.—ST* 154 (2008) 107–111.

- [7] G. Fox, N. Setter, H. Limberger, Fabrication and structural analysis of ZnO coated fiber optic phase modulators, *J. Mater. Res.* 11 (1996) 2051–2061.
- [8] R. Heideman, G. Veldhuis, E. Jager, et al., Fabrication and packaging of integrated chemo-optical sensors, *Sens. Actuators, B: Chem.* 35–36 (1996) 234–240.
- [9] P. Struk, T. Pustelny, K. Gołaszewski, et al., Gas sensors based on ZnO structures, *Acta Phys. Pol. A* 124 (2013) 567–569.
- [10] B. Renganathan, D. Sastikumar, G.G. Gobi, et al., Nanocrystalline ZnO coated fiber optic sensors for ammonia gas detection, *Opt. Laser Technol.* 43 (2011) 1398–1404, <http://dx.doi.org/10.1016/j.optlastec.2011.04.008>.
- [11] S. Shukla, T. Sshutosh, G. Parashar, et al., Exploring fiber optic approach to sense humid environment over nano-crystalline zinc oxide film, *Talanta* 80 (2009) 565–571, <http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2009.07.026>.
- [12] A. Sharma, B. Gupta, Metal-semiconductor nanocomposite layer based optical fiber surface plasmon resonance sensor, *J. Opt. A: Pure Appl. Opt.* 9 (2007) 180–185, <http://dx.doi.org/10.1088/1464-4258/9/2/011>.
- [13] P. Struk, T. Pustelny, K. Gut, et al., Planar optical waveguides based on thin ZnO layers, *Acta Phys. Pol. A* 116 (2013) 414–418.
- [14] P. Cai, D. Zhen, X. Xu, et al., A novel fiber-optic temperature sensors based on high temperature-dependent optical properties of ZnO film on sapphire fiber-ending, *Mater. Sci. Eng., B* 171 (2010) 116–119, <http://dx.doi.org/10.1016/j.mseb.2010.03.083>.
- [15] A. Abou Chaaya, R. Viter, M. Bechelany, et al., Evolution of microstructure and related optical properties of ZnO grown by atomic layer deposition, *Beilstein J. Nanotech.* 4 (2013) 690–698.
- [16] J. Elias, M. Bechelany, I. Utke, et al., Urchin-inspired zinc oxide as building blocks for nanostructured solar cells, *Nano Energy* 1 (2012) 696–705.
- [17] J. Elias, I. Utke, S. Yoon, et al., Electrochemical growth of ZnO nanowires on atomic layer deposition coated polystyrene sphere templates, *Electrochim. Acta* 110 (2013) 387–392.
- [18] R. Raghavan, M. Bechelany, M. Parlinska, et al., Nanocrystalline-to-amorphous transition in nanolaminates grown by low temperature atomic layer deposition and related mechanical properties, *Appl. Phys. Lett.* 100 (2012) 19.
- [19] A. Abou Chaaya, R. Viter, I. Baleviciute, et al., Tuning optical properties of Al₂O₃/ZnO nanolaminates synthesized by atomic layer deposition, *J. Phys. Chem. C* 118 (2014) 3811–3819.
- [20] P. Wierzbna, M. Jędrzejewska-Szczerska, Optimization of a Fabry–Perot sensing interferometer design for an optical fiber sensor of hematocrit level, *Acta Phys. Pol. A* 124 (2013) 586–588.
- [21] M. Born, E. Wolf, *Principles of Optics*, sixth ed., Pergamon Press, Oxford, 1994.
- [22] M. N. Polyanskiy, Refractive index database, <http://refractiveindex.info>. Accessed Feb. 18, 2014, (<http://refractiveindex.info/?group=CRYSTALS&material=ZnO>).
- [23] P. Hariharan, *Optical Interferometry*, second ed., Academic Press Elsevier Science, San Diego, CA, 2003.
- [24] A. Chaaya, R. Viter, I. Baleviciute, et al., Tuning optical properties of Al₂O₃/ZnO nanolaminates synthesized by atomic layer deposition, *J. Phys. Chem. C* 118 (2014) 3811–3819.
- [25] R. Viter, V. Khranovskyy, N. Starodub, et al., Application of room temperature photoluminescence from ZnO nano-rods for *Salmonella* detection, *IEEE Sens. J.* 14 (2014) 2028–2034.
- [26] V. Khranovskyy, G.R. Yazdi, G. Lashkarev, et al., Investigation of ZnO as a perspective material for photonics, *Phys. Status Solidi A: Appl. Mater. Sci.* 205 (2008) 144–149.



A.A. Chaaya Adib Abou Chaaya started his Ph.D. thesis at European Institute of Membranes (UMR ENSCM/UM2/CNRS 5635) at 2011. His research included the design of ZnO based nanostructures and membranes for applications in renewable energy, environment and health.



M. Bechelany Mikhael Bechelany obtained his Ph.D. in Materials Chemistry from the University of Lyon (France) in 2006. Then, he worked as a Postdoc at EMPA, Swiss Federal Laboratories for Materials Science and Technology (Switzerland). His research included the fabrication of nanomaterials, their organization and their nanomanipulation for applications in different field such as photovoltaic, robotic, chemical and bio-sensing. From 2010 a Junior Scientist at CNRS, Le Centre National de la Recherche Scientifique (France). His current research interest focuses on the design of organized nanomaterials using novel synthesis methods for applications in renewable energy, environment and health.



P. Miele Prof. Philippe Miele received his Ph.D. in Inorganic Chemistry in 1993 at the University Montpellier 2. Following a postdoctoral fellowship at Georgia Institute of Technology (USA), he became Assistant Professor (1994), and then Professor at the University Lyon 1. The leader of a group in the Laboratory of Multimaterials and Interfaces and the Lab Head from 2003 to 2010. In fall 2010, he joined the European Institute of Membranes, where in 2011 he became the Lab Head. His research interests focus on boron chemistry, especially on the development of molecules and materials for energy applications, such as hydrogen storage.

Biographies



M. Jędrzejewska-Szczerska She received her Ph.D. degree with honors in Electronics from the Gdańsk University of Technology in 2008. Currently she is an assistant professor in the Department of Metrology and Optoelectronics. Her main research area is biophotonics and she focuses on use of low-coherence interferometry, fiber-optic technology and application of optical measurements in biomedicine.



P. Wierzbna Pawel Wierzbna received the master's degree in design of electronic equipment from the Faculty of Electronics at the Gdańsk University of Technology in 1994. He received the Ph.D. degree in optoelectronics from the same Faculty in 2001. He works as a Research Scientist at the Department of Metrology and Optoelectronics at the Gdańsk University of Technology. His current research interests are polarization interferometry, applications of Liquid Crystal Polymers in optoelectronics, optical fiber sensors, electro-optic ceramic materials.



R. Viter he received the master's degree in physics from the Faculty of Physics, Odessa National I.I. Mechnikov University, Odessa, Ukraine, in 2000. In 2011, he received the Ph.D. degree in physics. He is currently a Senior Researcher with the Faculty of Physics, Odessa National I.I. Mechnikov University, and an Invited Researcher at the Institute of Atomic Physics and Spectroscopy, University of Latvia, Riga, Latvia. His current research interests include metal oxides nanostructures (deposition, characterization, and applications), organic semiconductors and hybrid structures for sensors, optical fiber sensors, semiconductor and surface physics and optical biosensors.



A. Mazikowski Adam Mazikowski received the master's degree in Electronic Equipment Design in 1995 in Gdańsk University of Technology. In 2003 he received Ph.D. degree in optoelectronics in Gdańsk University of Technology, Faculty of Electronics, Telecommunication and Informatics, Gdańsk, Poland. His previous and current research interests include biomedical sensors, non-contact temperature measurements, optoelectronic sensors, optoelectronic displays and virtual reality systems. Dr Adam Mazikowski is a member of SPIE and Photonic Society of Poland.



K. Karpienko She received the B.E. degree in electronics engineering and telecommunications from Gdańsk University of Technology, Gdańsk, Poland, in 2012 and the M.Sc. degree in electronics engineering and telecommunications in 2013 at the same university. Currently she is a Ph.D. student at Gdańsk University of Technology. Her research is focused on low-coherence fiber optic sensors of selected blood parameters and other fiber optic sensors for medical applications.



M. Wróbel M. Wróbel was born in Malbork, Poland in 1989. He received his B.Sc. and M.Sc. in Electronics and Telecommunication specialty: Optoelectronics, from Gdańsk University of Technology in 2012 and 2013, respectively. He is currently a Ph.D. student. His main research area is biophotonics and he focuses on spectroscopic methods of blood analysis, tissue-mimicking phantoms for noninvasive optical sensing, and fiber-optic sensors.



C. Determination of refractive index dispersion using fiber-optic low-coherence Fabry–Perot interferometer: implementation and validation

Samodzielny wkład autora rozprawy w powstanie tej publikacji polegał na udziale w:

1. Opracowaniu idei i zaprojektowaniu eksperymentów;
2. Przeprowadzeniu eksperymentów, których wyniki wykorzystano w publikacji;
3. Przetwarzaniu danych i interpretacji wyników pomiarów;
4. Analizie statystycznej;
5. Przygotowaniu rysunków;
6. Napisaniu części manuskryptu.



Determination of refractive index dispersion using fiber-optic low-coherence Fabry–Perot interferometer: implementation and validation

Katarzyna Karpienko,* Maciej S. Wróbel, and Małgorzata Jędrzejewska-Szczerska

Gdańsk University of Technology, Department of Metrology and Optoelectronics, G. Narutowicza Street 11/12, Gdańsk 80-233, Poland

Abstract. We present the implementation and validation of low-coherence Fabry–Perot interferometer for refractive index dispersion measurements of liquids. A measurement system has been created with the use of four superluminescent diodes with different optical parameters, a fiber-optic coupler and an optical spectrum analyzer. The Fabry–Perot interferometer cavity has been formed by the fiber-optic end and mirror surfaces mounted on a micromechanical stage. The positive result of the validation procedure has been determined through statistical analysis. All obtained results were 99.999% statistically significant and were characterized by a strong positive correlation ($r > 0.98$). The accuracy of the measured result of implemented low-coherence Fabry–Perot interferometer sensor is from 83% to 94%, which proves that the sensor can be used in the measurement of refractive index dispersion of liquids. © 2014 Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers (SPIE) [DOI: [10.1117/1.OE.53.7.077103](https://doi.org/10.1117/1.OE.53.7.077103)]

Keywords: refractive index dispersion; Fabry–Perot interferometer; low-coherence interferometer; fiber optics.

Paper 140672P received Apr. 23, 2014; revised manuscript received Jun. 19, 2014; accepted for publication Jun. 19, 2014; published online Jul. 22, 2014.

1 Introduction

The refractive index is one of the fundamental optical properties of materials. This parameter depends strongly on the composition of the material, including the dopant materials and impurities contained within. In case of heterogeneous materials, e.g., biological samples such as blood¹ or skin,² there is a significant variability of refractive indices, caused by its dependence on the various components of the medium under examination, such as cell membranes and organelles.¹ Observation thereof enables the detection of small changes of structure and composition of the examined material.

Each application has special requirements; thus, it is often necessary to develop new methods or to adapt the existing ones. In order to measure the liquid samples, fiber-optic sensors are suitable because they provide lower invasiveness, as measurements can be performed on a small sample volume, without sample-handling procedures such as chemical pretreatment.

Several other fiber-optic methods have been developed for the measurements of refractive index. One such technique relies solely on the fiber Bragg gratings, which are able to achieve sensitivity in the range from 10^{-5} to 10^{-7} RIU (refractive index unit), and their subsequent modifications such as long period gratings (LPG)^{3,4} and tilted fiber Bragg gratings (T-FBG).⁵ However, the gratings are highly sensitive to temperature and strain; therefore, their potential applications are somewhat limited. Ultra-high sensitivities of 10^{-7} RIU are offered by the sensors based on the whispering gallery modes,^{6–8} which require complex microresonator manufacturing. Tapered fibers⁹ geometry is also used for sensing purposes, especially for the surface plasmon resonance (SPR).¹⁰ SPR is also a widely used technique in the refractive

index measurements, which offers from 10^{-4} up to 10^{-7} RIU sensitivity and selectivity in chemical and biomedical sensings.^{11–13} They rely on complex chemical surface functionalization and are highly specialized for narrow and specific applications.

In this paper, we present the implementation of the fiber-optic low-coherence Fabry–Perot interferometer (LCFPI) for refractive index dispersion measurements of fluids.^{14,15} The advantages of the sensor over the aforementioned methods lie mainly in its high sensitivity and broad dynamic range. In contrast to other sensors, which often require specially produced fibers (e.g., tapered, coated, microstructured, and chemically functionalized), our LCFPI sensor does not need any elaborated manufacture procedure, as it uses commercially available components which reduce time and fabrication costs. An open FP cavity configuration is robust, easy to clean, and enables modification for various sample holding needs. Ease of construction of this sensor offers the possibility for miniaturization. Measurements may be rapid, which permits further expansion of this method for various applications ranging from online process monitoring, bedside intravenous fluid supply control, bulk laboratory analysis, and other fast liquid analysis. Moreover, low-coherence interferometry is the only interferometric method of the absolute value measurement of the investigated parameter, thus enabling direct measurements.¹⁶

To confirm the effectiveness of the proposed measurement method, we employed statistical validation procedure, described step by step, which consists of the statistical tests (Grubb's test for outliers, Student *t*-test, and regression analysis) and the determination of metrological parameters. The validation was carried out upon the measurements' results of several substances with known refractive indices,¹⁷

*Address all correspondence to: Katarzyna Karpienko, E-mail: k.karpienko@pro.wp.pl

such as methanol, acetone, acetic acid, ethanol, buthanol, ethylene glycol, cyclohexane, glycerol, and methyl salicylate. In total, over 280 measurements of these substances were performed. Such a large number of measurements and a positive result of the validation allowed us to determine the usefulness of the implemented fiber-optic LCFPI for the use in the refractive index dispersion measurements of fluids.

2 Method

In low-coherence interferometry, the resulting interferogram comprises the signal envelope, which depends on the spectral characteristic of the light source (usually a Gaussian distribution), and its modulation, which forms the spectral pattern.^{16,18} The optical path difference between interfering beams is encoded in the spectral modulation of measured spectral signal¹⁸

$$I = I_0[1 + V \cos(\Delta\varphi)], \quad (1)$$

where φ is a phase shift which is related to the refractive index changes (Δn):

$$\Delta\varphi = \frac{4\pi}{\lambda} \Delta n L, \quad (2)$$

where I is the measured signal intensity, I_0 is the light source intensity, L is a geometrical path length of the interferometer, n is the refractive index, λ is the wavelength of interfering beams, and V is the visibility of the measured signal. A reflection-mode fiber-optic Fabry–Perot interferometer was implemented, in which the interference occurs in the cavity formed between the beams reflected from the fiber-end surface and a parallel mirror. The beam propagates through the

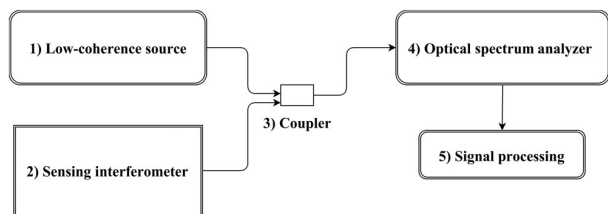


Fig. 1 The implemented low-coherence fiber-optic Fabry–Perot interferometer measurement setup: (1) low-coherence source, (2) sensing interferometer, (3) coupler, (4) optical spectrum analyzer, (5) signal processing.

sample, placed between these surfaces, and undergoes phase shift which depends on the refractive index of a sample.

Implemented system (Fig. 1) comprises four superluminescent diode (SLED) sources produced by Superlum (Ireland): (1) $\lambda = 810$ nm, $\Delta\lambda = 50$ nm, $P = 3$ mW, SLD-381-MP3-DIL-SM-PD; (2) $\lambda = 970$ nm, $\Delta\lambda = 50$ nm, $P = 1,5$ mW, SLD-481-MP3-DIL-SM-PD; (3) $\lambda = 1310$ nm, $\Delta\lambda = 100$ nm, $P = 10$ mW, SuperlumBroadlighter SLD S-1300-G-I-20; (4) $\lambda = 1550$ nm, $\Delta\lambda = 100$ nm, $P = 20$ mW, SuperlumBroadlighter SLD S-1550-G-I-20), a fiber-optic coupler, an adjustable Fabry–Perot cavity formed between the fiber-end and a mirror surfaces mounted on a micromechanical stage, and an optical spectrum analyzer (OSA) (Ando AQ6319, ANDO Japan) with wavelength resolution better than 20 pm and a dynamic range of 70 dBm.

To measure the refractive index of the chemical substance using the implemented measurement system, the test sample should be placed between the tip of the optical fiber and a mirror mounted on the adjustable table. Light propagates from the SLED light source through the optical fiber to the Fabry–Perot cavity with sample inserted inside. Interference occurs between incoming beam and the beam reflected from the mirror surface after passing the sample, due to phase shift induced by the sample, according to Eq. (2). The returning interference pattern signal (1) is guided through the coupler to the spectrum analyzer where it is recorded. To obtain a measurement result, spectral separation should be read from the measured signal spectrum [Fig. 2(b)] and compared with reference spectrum [Fig. 2(a)].

Effectiveness of the implemented Fabry–Perot low-coherence interferometer sensor was confirmed by validation. The validation is a procedure aimed at investigation of measurement methods to obtain objective evidence that the method satisfies posed requirements and that the measurements lead to accurate results. According to ISO/IEC 17025¹⁹ standard, it is always necessary to carry out the validation procedure before the implementation of the new measurement method and after modification of the existing one. While validation gives information about the accuracy of the measurement method (a true value of a parameter is determined), reliability shows how precise results are.¹⁷ The validation procedure should be carried out according to the following points:

- detection of measurement errors;
- carrying out selected statistical test;
- assessment of the metrological parameters of the process;

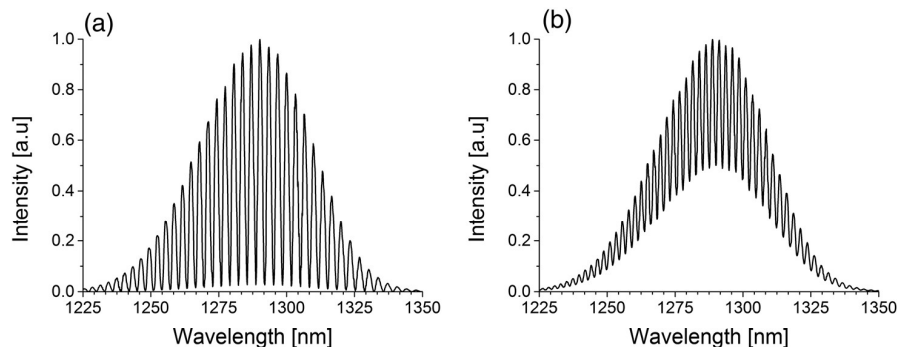


Fig. 2 The measured spectrum of a reference signal (a) and the methanol (b).

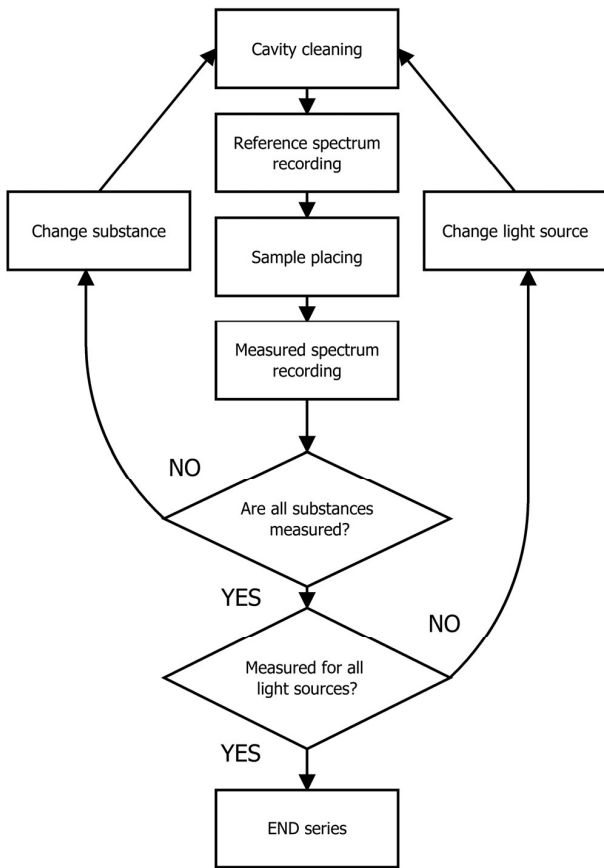


Fig. 3 The block diagram of measurement procedure for validation.

- verification of the established requirements and assumptions and stating the usefulness of measurement method.

The validation of refractive index measurement method using a interferometric low-coherence system was carried out by the measurements of nine chemical substances. Separate measurements were performed for each substance. The measurement procedure for the validation is shown by the block diagram (Fig. 3).

The reference spectrum of an empty FP cavity was recorded by the OSA. Then, the sample was placed in the cavity and the measured spectrum was obtained. After thorough cleaning of the cavity, the procedure was repeated for other substances. After a sequence of measurements for all substances, the light source was switched and the aforementioned procedure started anew for another light source. This comprises a single measurement series, which was repeated eight times for the purpose of system validation.

3 Validation

The validation procedure of the low-coherence FP interferometric sensor for refractive index dispersion measurements was performed for nine chemical substances. A detailed, step-by-step procedure is presented for methyl alcohol (methanol). Measured spectral separation between maximums in the spectra of measured signal of methanol is shown in Table 1.

Table 1 Spectral separation for methanol [nm].

Measurement procedure no.	Central wavelength			
	$\lambda = 0.81 \mu\text{m}$	$\lambda = 0.97 \mu\text{m}$	$\lambda = 1.3 \mu\text{m}$	$\lambda = 1.55 \mu\text{m}$
1	0.9750	1.4249	2.4498	3.7300
2	0.9750	0.7000	2.3998	3.5002
3	0.9750	1.3875	2.5202	3.5002
4	0.9625	1.3848	2.3998	3.4795
5	0.9250	1.4499	2.4498	3.4795
6	0.9250	1.3749	2.3798	3.5804
7	0.9250	1.3501	2.4301	3.5002
8	0.9596	1.3749	2.5497	3.5997

Errors in measurements can be detected by investigating the existence of outlying observations in measurement data. This can be done using scatterplot, which illustrates the correlation between dependent variable and determining variable. The scatterplot of presented results is shown in Fig. 4. The graph includes the results of all the measurements, as a function of wavelength.

Two distinct points are clearly noticeable on the scatter plot (Fig. 4). This may indicate the existence of outliers. To support this hypothesis, it is necessary to conduct a statistical test. For our purpose, a Grubb's test for outliers was performed and the results are shown in Table 2. Grubb's test statistic G is calculated for extreme values, according to the formula¹⁷

$$G = \frac{\max |X_i - \bar{X}|}{\sigma}, \tag{3}$$

where X_i is the most extreme observation from the mean, \bar{X} is the mean of all observations including the possible outlier, and σ is the standard deviation of all observations including

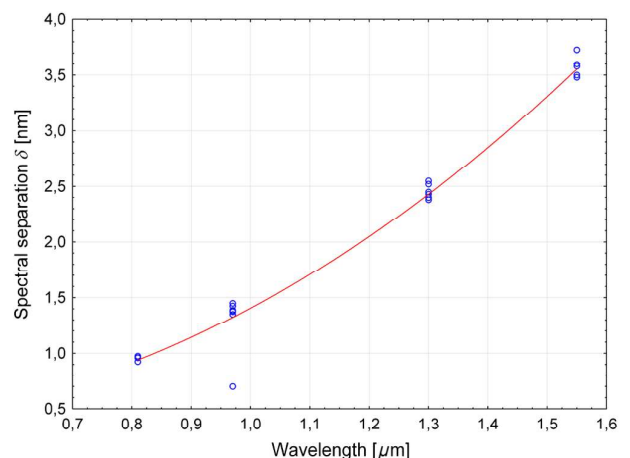


Fig. 4 The scatterplot of results. Two noticeable datapoints are suspected to be outliers.

Table 2 Results of Grubb's test for all data points.

λ [μm]	Valid N	Mean	Grubb's test statistics	Grubb's test statistics critical value	p -value
0.81	8	0.952767	1.17037625	2.03	1.000000
0.97	8	1.305895	2.45493008	2.03	0.000010
1.3	8	2.447376	1.70673673	2.03	0.467423
1.55	8	3.546189	2.11074608	2.03	0.056877

the possible outlier. If G is higher than a Grubb's test critical value (Table 2), then X_i is considered as an outlier.

Calculated Grubb's test statistics (Table 2) for the wavelengths 0.81, 0.97, and 1.55 μm are higher than the Grubb's test statistics critical value taken from the statistical tables; thus, there is no basis to reject the hypothesis that outliers exist. Probability that outliers do not occur in the results is expressed as p -value. For the purpose of validation procedure, p -value level shall be greater than 0.05.^{17,20} All outlying observations were excluded from the results, which were then again processed with Grubb's test for outliers, as presented in Table 3. Variation in p -values in presented Grubb's test results is directly corresponding to the number of valid N . Grubb's test is typically used for groups with more than 25 elements (N) but due to high power of the test it can be used for a smaller number of elements. However, this may result in a significant variation in calculated p -values, as seen in Table 3.

Calculated Grubb's test statistics values are lower than Grubb's test statistics critical value, thus there are no outlying observations among the experimental results (with p -value higher than 0.365), which once again is shown in the scatter plot of cleansed data (Fig. 5).

Obtained results follow the normal distribution; therefore, further analysis consists of the parametric statistic. The parametric statistics are used to verify hypothesis about parameters of normal distributions. One of them is Student t -test, which allows to determine whether there is a statistically significant relationship between the sample and the mean value of sample population. Obtained results were tested by calculating Student t -test statistic t_n described as²¹

$$t_n = \frac{X - \bar{X}}{s} \sqrt{n}. \tag{4}$$

Table 3 Results of Grubb's test for data points after excluding detected outliers.

λ [μm]	Valid N	Mean	Grubb's test statistics	Grubb's test statistics critical value	p -value
0.81	8	0.952767	1.170376	2.03	1.000000
0.97	7	1.392453	1.700991	1.94	0.365041
1.3	8	2.447376	1.706737	2.03	0.467423
1.55	7	3.519937	1.624798	1.94	0.490555

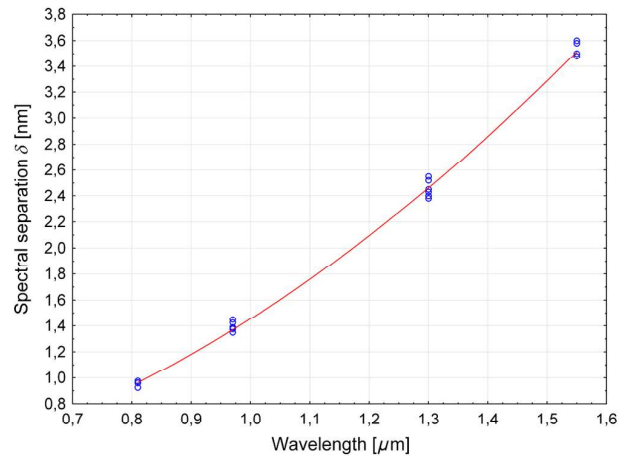


Fig. 5 The scatterplot of data cleansed after Grubb's test.

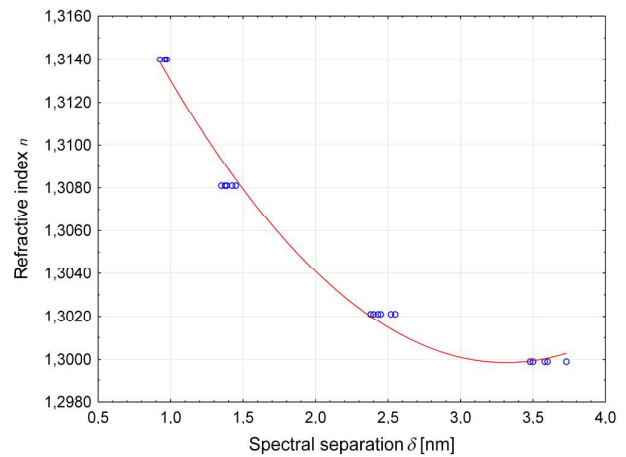


Fig. 6 The estimated relation of spectral separation to refractive index for methanol. Fitting was achieved with a second-degree polynomial function.

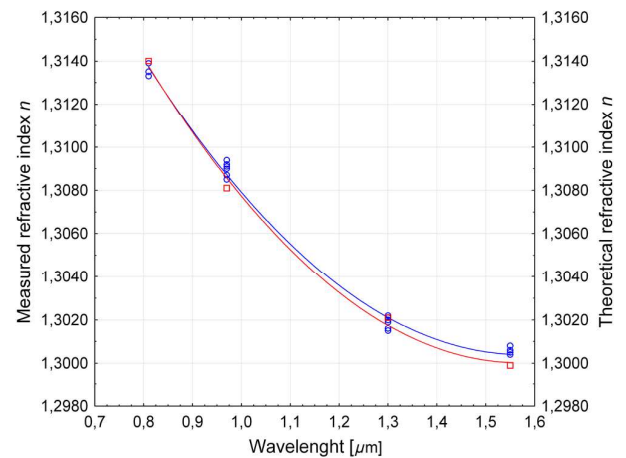


Fig. 7 The results of measured refractive index dispersion curve of methanol. Measured data are shown as circles, while reference data are squares.

Table 4 Calculated values of the standard deviation for all wavelengths.

λ [μm]	Valid N	Minimum	Maximum	Standard deviation
0.81	8	0.924984	0.975039	0.023738
0.97	7	1.350074	1.449906	0.033776
1.3	8	2.379819	2.549720	0.059964
1.55	7	3.479471	3.599712	0.049098

where X is the value of a sample, \bar{X} is a mean of sample population, n is a number of samples in a population, and s is a standard deviation. Then, the calculated t_n is compared with test statistics t , taken from the Student t -distribution tables for a set of significance levels. When $t_n > t$, then the correlation between the sample and the mean value of sample population is statistically significant (at set significance level). For experimental results, calculated t_n was in range from 15.42 to 538.46. The comparison of obtained

test statistics with the Student t -distribution tables yielded a highly statistically significant correlation of experimental results with confidence level 0.001. This indicates that the measurements are 99.999% statistically significant.

The next step is to calculate r -Pearson correlation, which is a measure of linear relationship between two variables. Correlation value r ranges from -1 to 1 , where -1 is a strong negative correlation, 1 is a strong positive correlation, and zero means random relationship between variables. r -Pearson correlation analysis is conducted by the determination of r parameter according to Ref. 22

$$r = \frac{N \sum XY - \sum X \sum Y}{\sqrt{[N \sum X^2 - (\sum X)^2][N \sum Y^2 - (\sum Y)^2]}}, \quad (5)$$

where X and Y are paired variables. It is necessary for results to have strong negative or positive correlation; only then is the method valid. Calculated values of r -Pearson correlation coefficient (7) for presented method equal 0.9943 (strong

Table 5 The results of all performed tests for measured substances.

Substance	Grubb's test result	Student t -test result	Determination coefficient R^2	r -Pearson correlation	Standard deviation
Methanol	$p = 0.37$	0.0001	0.9886	0.9943	0.0600
Acetone	$p = 0.62$	0.0001	0.9855	0.9927	0.0997
Acetic acid	$p = 0.32$	0.0001	0.9883	0.9941	0.1177
Ethanol	$p = 0.6$	0.0001	0.9824	0.9911	0.0906
Buthanol	$p = 0.28$	0.0001	0.9893	0.9946	0.0653
Ethylene glycol	$p = 0.37$	0.0001	0.9832	0.9916	0.1068
Cyclohexane	$p = 0.21$	0.0001	0.9817	0.9908	0.1609
Glycerol	$p = 0.1$	0.0001	0.9829	0.9914	0.0685
Methylsalicylate	$p = 0.27$	0.0001	0.9914	0.9957	0.0651

Table 6 Determined dispersion curves for all measured substances.

Substance	Determined dispersion curve	Theoretical dispersion curve
Methanol	$n = 1.3569 - 0.0719\lambda + 0.0228\lambda^2$	$n = 1.3582 - 0.0739\lambda + 0.0234\lambda^2$
Acetone	$n = 1.3656 - 0.0185\lambda + 0.0061\lambda^2$	$n = 1.3661 - 0.0193\lambda + 0.0062\lambda^2$
Acetic acid	$n = 1.3926 - 0.0589\lambda + 0.0185\lambda^2$	$n = 1.3943 - 0.0617\lambda + 0.0195\lambda^2$
Ethanol	$n = 1.3667 - 0.0149\lambda + 0.0042\lambda^2$	$n = 1.368 - 0.0177\lambda + 0.0056\lambda^2$
Buthanol	$n = 1.4078 - 0.0254\lambda + 0.0074\lambda^2$	$n = 1.4093 - 0.0284\lambda + 0.009\lambda^2$
Ethylene glycol	$n = 1.4719 - 0.096\lambda + 0.0295\lambda^2$	$n = 1.4763 - 0.1042\lambda + 0.0331\lambda^2$
Cyclohexane	$n = 1.4338 - 0.0209\lambda + 0.0065\lambda^2$	$n = 1.435 - 0.0233\lambda + 0.0075\lambda^2$
Glycerol	$n = 1.4817 - 0.0257\lambda + 0.0078\lambda^2$	$n = 1.4833 - 0.0284\lambda + 0.0088\lambda^2$
Methylsalicylate	$n = 1.5537 - 0.0554\lambda + 0.0171\lambda^2$	$n = 1.5555 - 0.059\lambda + 0.0188\lambda^2$

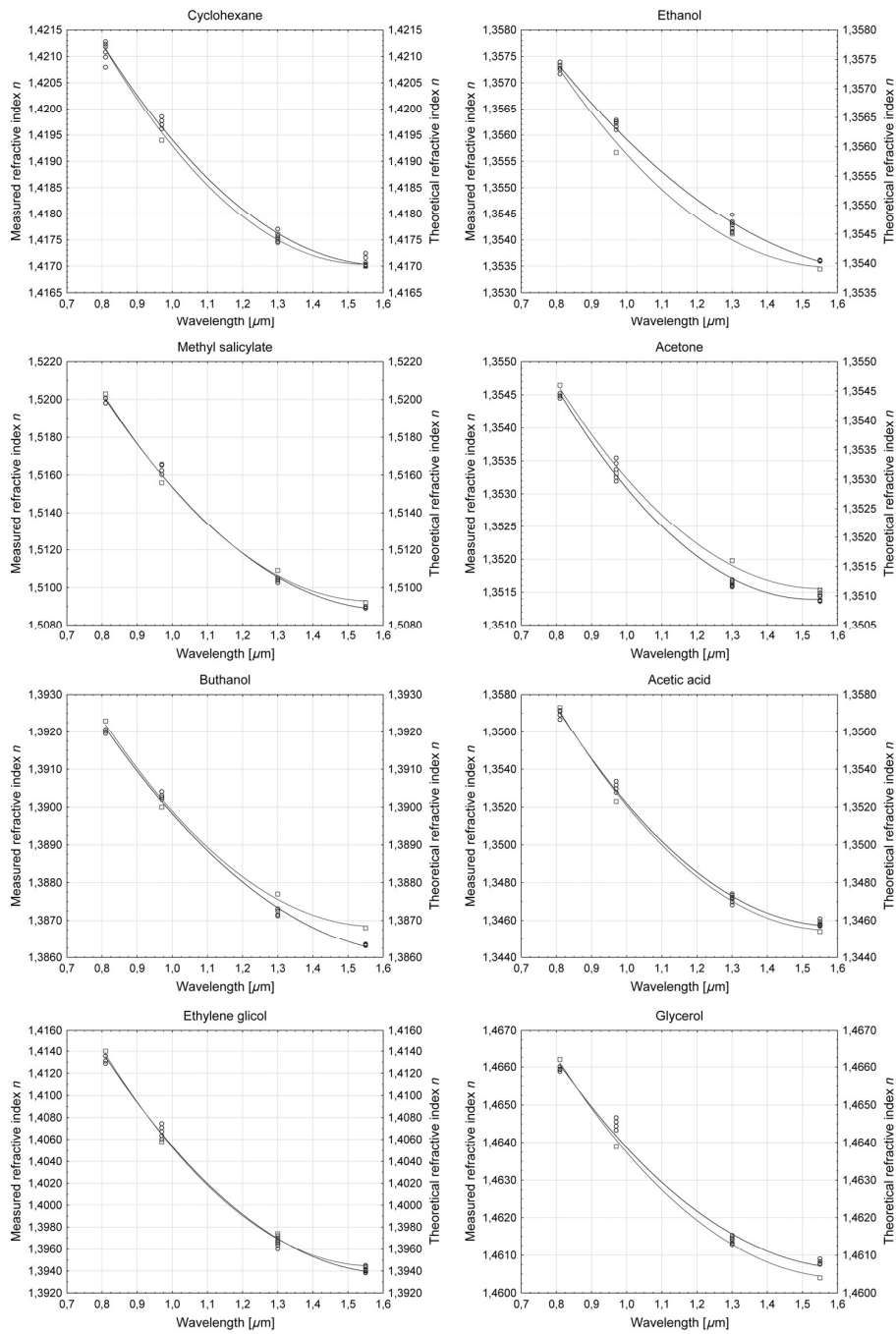


Fig. 8 The refractive index dispersion curve of measured substances. Measured results are shown in circles, while theoretical data are in squares. (a) Cyclohexane, (b) ethanol, (c) methylsalicylate, (d) acetone, (e) butanol, (f) acetic acid, (g) ethylene glycol, (h) glycerol.

positive correlation). This indicates a very significant relation between the experimental data and the wavelength.

Determination coefficient R^2 describes the degree to which the regression model explains the experimental data, and is defined as²⁰

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (x_p - \mu)^2}{\sum_{i=1}^N (\bar{x} - \mu)^2}, \quad (6)$$

where x_p is the value expected by the regression model, μ is the mean, and \bar{x} is the value of a sample. The determination coefficient takes values from 0 to 1, while R^2 is closer to unity; then, the regression model is better suited. Calculated determination coefficient equals 0.9886, which means that the linear regression model explains more than 98% of the variability of the obtained results.

After calculation of r and R^2 , regression analysis was performed. The regression analysis is based on predicting the

value of one variable based on the other variable. If the independent variable is known, it is possible to estimate the value of the dependent variable based on the regression equation. The regression analysis of the obtained measurements yielded the equation which relates the spectral separation to the refractive index

$$n = 1.3268 - 0.0163\delta + 0.0025\delta^2, \quad (7)$$

where n is the refractive index and δ is a spectral separation. Estimated equation is a second-degree polynomial which sufficiently fits measured results (Fig. 6).

After calculating n from Eq. (7) for several wavelengths, it is possible to determine the refractive index dispersion curve (8)

$$n(\lambda) = 1.3569 - 0.0719\lambda + 0.0228\lambda^2, \quad (8)$$

where n is the refractive index and λ is the wavelength [nm]. A determined refractive index dispersion curve of methanol from Eq. (8) is compared with the literature data²³ and is shown in Fig. 7. The measured data almost completely agree with the literature data.

Small differences between plotted dispersion curves are due to standard uncertainty of measurements and the wavelength accuracy of OSA, equal to ± 50 pm. The standard uncertainty of results was determined based on the standard deviation of the results. Calculated values of the standard deviation have also been used to determine the reproducibility of presented method. Tested chemical substances were measured in eight series. Each series required measurements of nine independently prepared samples. All measurements were made with uniform conditions and by the same lab assistant. Low values of the standard deviation between results, for each substance collected from eight series, indicate sufficient reproducibility of the proposed approach. Calculated values of the standard deviation are shown in Table 4.

The maximum calculated value of the standard deviation is approximately 0.0087. This is indicated by an acceptable degree of the standard uncertainty of results below 0.1, thus confirming the reliability of the measurement method.

Prior to the statistical analysis of measurement results, certain assumptions, regarding the qualitative requirements of the test method, were stated. They concerned the statistical parameters and metrology. The measurement results are discarded when the value of the Grubb's test statistic was higher than the critical value read from the critical value statistical table at a level of probability $p > 0.05$. This is a widely accepted criterion for statistical analyses.^{21,22} Since this measurement method will be further developed for biophotonics research, it has been decided to increase the acceptance criteria for subsequent tests. For Student's t -test, a confidence level of less than 0.01 was adopted. The lower value of the coefficient of determination is set at 0.90 and the r -Pearson correlation coefficient cannot be lower than 0.95. Acceptable standard deviation should not be greater than 0.17. The validation was carried out considering all qualitative requirements of the measurement method. The results are presented in Table 5.

It can be concluded that the tests of all substances meet set requirements. Very good Student's t -tests are of particular note as their results are characterized by a statistical dependency a hundred times greater than specified in the

requirements. For all models, the determination coefficient is much higher than 0.98, and the r -Pearson correlation coefficient exceeds 0.99. The resulting accuracy is from 83% to 94% depending on the tested chemical substance. Due to the fulfillment of all qualitative requirements, the validation process was completed with positive result, thus confirming the suitability of the LCFPI method applied to measure the refractive index of liquids. Based on the analysis of the obtained measurement results for each of the measured substances, the refractive index dispersion curves were determined (Table 6).

Determined refractive index dispersion curves are plotted together with theoretical curves in Fig. 8. It can be seen that the measurement results coincide with the reference theoretical values.

Discrepancies could be because the theoretical values of the refractive indices of the test substances were determined at different temperatures. The value of the refractive index is dependent on the temperature of the sample; thus, the discrepancies may appear because the experiment was performed at room temperature and the temperature conditions were controlled with a noncontact pyrometer designed for small-sample measurements.²⁴

The results of validation of the designed test method suggest that it can be used to determine the refractive index of the liquids.

4 Conclusion

In this paper, we have presented the implementation and validation of LCFPI for refractive index dispersion measurements of liquids. A measurement system has been created with the use of four SLED sources, a fiber-optic coupler and an optical spectrum analyzer. An adjustable Fabry-Perot cavity was formed between the fiber-end and a mirror surface mounted on a micromechanical stage. The greatest advantage of the presented sensor is that it relies on commercially available components and requires no special fabrication of the fiber. The positive result of the validation procedure was determined through statistical analysis. All obtained results were 99.999% statically significant and were characterized by strong positive correlation ($r > 0.98$). The resulting accuracy of implemented LCFPI sensor is from 83% to 94%, which proves that the sensor can be used in the measurement of refractive index dispersion of liquids.

Acknowledgments

The project was financed by the National Science Centre, Poland, allocated on the basis of the decision number DEC-20011/03/D/ST7/03540, as well as DS Programs of the Faculty of Electronics, Telecommunications and Informatics, Gdańsk University of Technology.

References

1. V. V. Tuchin, *Optical Clearing of Tissues and Blood*, SPIE Press, Bellingham, WA, USA (2006).
2. A. N. Bashkatov, E. A. Genina, and V. V. Tuchin, "Optical properties of skin, subcutaneous, and muscle tissues: a review," *J. Innov. Opt. Health Sci.* **04**(01), 9–38 (2011).
3. S. W. James and R. P. Tatam, "Optical fibre long-period grating sensors: characteristics and application," *Meas. Sci. Technol.* **14**, R49–R61 (2003).
4. G. Rego, "A review of refractometric sensors based on long period fibre gratings," *Sci. World J.* **2013**, 1–14 (2013).
5. X. Dong et al., "Tilted fiber Bragg gratings: principle and sensing applications," *Photonic Sens.* **1**, 6–30 (2011).

6. A. Boleininger et al., "Whispering gallery modes in standard optical fibres for fibre profiling measurements and sensing of unlabelled chemical," *Species. Sensors* **10**, 1765–1781 (2010).
7. C. C. Chiang and J. C. Chao, "Whispering gallery mode based optical fiber sensor for measuring concentration of salt solution," *J. Nanomater.* **2013**, 1–4 (2013).
8. J. Knittel et al., "Back-scatter based whispering gallery mode sensing," *Sci. Rep.* **3** (2013).
9. C. R. Biazoli et al., "Multimode interference tapered fiber refractive index sensors," *Appl. Opt.* **51**, 5941–5945 (2012).
10. H.-Y. Lin et al., "Tapered optical fiber sensor based on localized surface plasmon resonance," *Opt. Express* **20**, 21693 (2012).
11. B. D. Gupta and R. K. Verma, "Surface plasmon resonance-based fiber optic sensors: principle, probe designs, and some applications," *J. Sens.* **2009**, 1–12 (2009).
12. J. Homola, "Surface plasmon resonance sensors for detection of chemical and biological species," *Chem. Rev.* **108**, 462–493 (2008).
13. A. K. Sharma, R. Jha, and B. D. Gupta, "Fiber-optic sensors based on surface plasmon resonance: a comprehensive review," *IEEE Sens. J.* **7**, 1118–1129 (2007).
14. B. H. Lee et al., "Interferometric fiber optic sensors," *Sensors* **12**(12), 2467–2486 (2012).
15. Y. Jiang and W. Ding, "Recent developments in fiber optic spectral white-light interferometry," *Photonic Sens.* **1**(1), 62–71 (2011).
16. M. Jędrzejewska-Szczerska, M. Gnyba, and B. B. Kosmowski, "Low-coherence fibre-optic interferometric sensors," *Acta. Phys. Pol. A* **120**, 621–624 (2011).
17. K. Karpienko, M. S. Wróbel, and R. Umiaż, "Reliability and validity of optoelectronic method for biophotonical measurements," *Proc. SPIE* **2013**, 90320Q (2013).
18. M. Jędrzejewska-Szczerska, "Improved methods of signal processing used in low-coherent systems," *Acta. Phys. Pol. A* **114**(6A), A127–A131 (2008).
19. ISO/IEC 17025:2005, "General requirements for the competence of testing and calibration laboratories," ISO/IEC, Geneva, Switzerland (2005), http://www.iso.org/iso/Catalogue_detail?csnumber=39883.
20. C. L. Kimberlin and A. G. Winterstein, "Validity and reliability of measurement instruments used in research," *Am. J. Health-Syst. Pharm.* **65**(23), 2276–2284 (2008).
21. R. Boddy and G. Smith, *Effective Experimentation: For Scientists and Technologists*, 1st ed., John Wiley & Sons, Ltd., Chichester, United Kingdom (2010).
22. D. A. Freedman, R. Pisani, and R. Purves, *Statistics*, W. W. Norton & Company Incorporated, New York, USA (2007).
23. H. El-Kashef, "The necessary requirements imposed on polar dielectric laser dye solvents," *Phys. B Condens. Matter.* **279**(4), 295–301 (2000).
24. A. Mazikowski, R. Hyszer, and M. Jędrzejewska-Szczerska, "Modeling of non-contact temperature measurement system using multiwavelength pyrometry," *Proc. SPIE* **4516**, 120–124 (2001).

Katarzyna Karpienko received her B.E. degree in electronics engineering and telecommunications from Gdańsk University of Technology, Gdańsk, Poland, in 2012 and MSc degree in electronics engineering and telecommunications in 2013 at the same university. Currently, she is a PhD student at Gdańsk University of Technology. Her research is focused on low-coherence fiber optic sensors of selected blood parameters and other fiber optic sensors for medical applications.

Maciej S. Wróbel received his BSc and MSc degrees in electronics and telecommunication specialty: optoelectronics, from Gdańsk University of Technology in 2012 and 2013, respectively. Currently, he is a PhD student. His main research area is biophotonics and he focuses on spectroscopic methods of blood analysis, tissue-mimicking phantoms for noninvasive optical sensing, and fiber-optic sensors.

Małgorzata Jędrzejewska-Szczerska received her PhD degree with honors in electronics from the Gdańsk University of Technology in 2008. Currently, she is an assistant professor in the Department of Metrology and Optoelectronics. Her main research area is biophotonics, and she focuses on the use of low-coherence interferometry, fiber-optic technology, and application of optical measurements in biomedicine areas, such as hematology or behavioral therapy of autistic children.

D. Combined analysis of whole human blood parameters by Raman spectroscopy and spectral-domain low-coherence interferometry

Samodzielny wkład autora rozprawy w powstanie tej publikacji polegał na udziale w:

1. Przeprowadzeniu eksperymentów z wykorzystaniem interferometrii niskokoherencyjnej, których wyniki wykorzystano w publikacji;
2. Przetwarzaniu danych i interpretacji wyników pomiarów interferometrycznych;
3. Napisaniu części manuskryptu.



Combined analysis of whole human blood parameters by Raman spectroscopy and spectral-domain low-coherence interferometry.

M. Gnyba^a, M.S. Wróbel^a, K. Karpieńko^a, D. Milewska^a, M. Jędrzejewska-Szczerska^{a,*}

^aDepartment of Metrology and Optoelectronics, Faculty of Electronics, Telecommunications and Informatics, Gdańsk University of Technology, Narutowicza Street 11/12, 80-233 Gdańsk, Poland

ABSTRACT

In this article the simultaneous investigation of blood parameters by complementary optical methods, Raman spectroscopy and spectral-domain low-coherence interferometry, is presented. Thus, the mutual relationship between chemical and physical properties may be investigated, because low-coherence interferometry measures optical properties of the investigated object, while Raman spectroscopy gives information about its molecular composition.

A series of in-vitro measurements were carried out to assess sufficient accuracy for monitoring of blood parameters. A vast number of blood samples with various hematological parameters, collected from different donors, were measured in order to achieve a statistical significance of results and validation of the methods. Preliminary results indicate the benefits in combination of presented complementary methods and form the basis for development of a multimodal system for rapid and accurate optical determination of selected parameters in whole human blood. Future development of optical systems and multivariate calibration models are planned to extend the number of detected blood parameters and provide a robust quantitative multi-component analysis.

Keywords: Raman spectroscopy, optical methods, low-coherence interferometry, interferometry

1. INTRODUCTION

Blood tests are one of the most fundamental medical exams, because the specific changes of its chemical composition (such as the presence of disease markers or elevated/decreased levels of some compounds) are associated with specific pathological conditions [1-3]. Moreover, the hematological parameters may reflect on the overall health state of a patient, as well as help in deciding further examinations which lead to a diagnosis [4-5]. Thus, fast and accurate detection of blood parameters is of utmost importance in medical practice. Monitoring blood parameters is performed during medical procedures such as surgeries, dialyses, or on a daily basis by chronically ill patients, as well as from time to time for regular health check-ups. Therefore, the employment of optical technologies, which offer fast and reliable measurement [6] will bring significant improvement in clinical as well as routine blood analysis [7]. We suggest that the appropriate combination of several optical methods should allow for simultaneous analysis of multiple components in whole blood without the need for conventional sample processing, such as centrifuging and adding reagents.

The objective of this study is the investigation of blood parameters by complementary optical methods: Raman spectroscopy (RS) and spectral-domain low-coherence interferometry (LCI). Simultaneous use of these optical methods provides additional information on sample properties, because low-coherence interferometry measures optical properties (refractive index, dispersion, which means refractive index and attenuation [8]) of the investigated object, while Raman spectroscopy gives information about its molecular composition. Combined analysis of Raman spectra and low-coherence interferometry spectra shall provide more valuable information than that obtained by each method alone, because of the synergic effect when using complementary methods. In this case, both methods exploit their advantages, while their drawbacks are alleviated, since they are sensitive to different parameters of the same sample. Such parameters might have the same underlying origins, therefore the mutual relationship between chemical and physical properties may be investigated and understood.

2. METHODS

For the preliminary investigations we have utilized two separate set-ups for low-coherence interferometry and Raman spectra, since the integration of those two modalities into a single set-up is a complex engineering task, worthy of its own research. Therefore, the measurements were conducted on separated set-ups, while the focus of the research lies in

Clinical and Biomedical Spectroscopy and Imaging IV, edited by J. Quincy Brown,
Volker Deckert, Proc. of SPIE-OSA Vol. 9537, 95371N · © 2015 SPIE-OSA
CCC code: 1605-7422/15/\$18 · doi: 10.1117/12.2183645

Proc. of SPIE-OSA Vol. 9537 95371N-1

the analysis of spectra from different modalities and assessing the usefulness and validity of undertaken approach. Fig. 1 shows the layout for both set-ups.

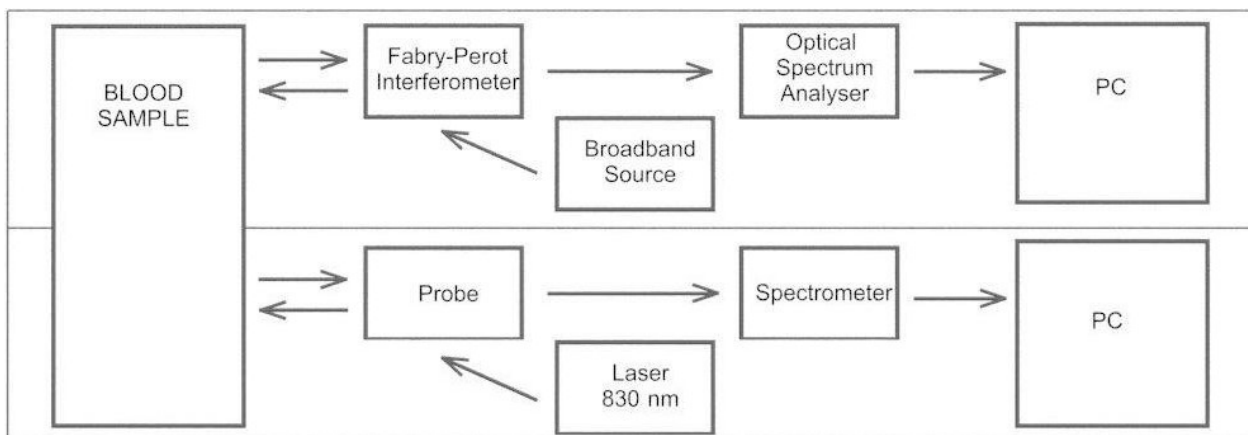


Fig. 1 The layout of experimental set-ups: low-coherence interferometer (top image), and Raman spectrometer (bottom image).

For spectral-domain low-coherence interferometric measurements, a reflection-mode fiber-optic Fabry-Perot interferometer, was implemented. The fibre-optic Fabry-Perot interferometer was formed by the uncoated end surface of the single-mode fiber and the silver mirror, with reflectivity 0.2 and 0.995, respectively [8-9]. The fiber is attached to a translation table equipped with a differential adjuster changing the cavity length. In this set-up the interference occurs in the cavity formed between the beams reflected from the fiber-end surface and a parallel mirror. The beam propagates through the sample, placed between these surfaces, and undergoes phase-shift, and consequently spectral band shift, which depend on the refractive index of a sample. The implemented system comprises of four broadband SLD sources with center wavelengths of 810 nm, 970 nm, 1310 nm, and 1550 nm, a fiber-optic coupler, an adjustable Fabry-Perot cavity formed between the fiber-end and a mirror surfaces mounted on a micromechanical stage, and an optical spectrum analyzer (OSA) (Ando AQ6319, ANDO Japan) with wavelength resolution better than 20 pm and a dynamic range of 70 dBm [11-12]. System has been implemented and validated for refractive index measurements according to the procedure described in previous work [8, 13]. The optimum–maximum value of visibility of the measured spectra has been performed for the cavity length of 200 μm .

The Raman spectroscopy was performed on a system based off a pre-commercial Raman spectrometer Ramstas developed by the VTT – Technical Research Centre of Finland [14-17]. Excitation wavelength, of 830 nm, provides a tradeoff between the reduction of fluorescent background and the Raman spectra intensity for biological samples such as blood. The continuous wave excitation signal from a diode laser, equal to 100 mW on the sample, is delivered by a fiber optic probe with embedded laser line filter. The working distance of the probe was set at 2.5 cm. Collected scattering signal is transmitted to the spectrograph by the collection part of the probe with dielectric low-pass filter. The L-shaped axial transmissive spectrograph is equipped with holographic transmission grating with high throughput which is connected to thermoelectric cooled (250K) CCD array detector. The spectral resolution of the setup equals about 8 cm^{-1} . Due to the complex and distorted nature of the Raman spectra of biological samples, chemometric pre-processing of the raw spectra was applied for de-spiking, de-noising, background removal and normalization of the spectra.

3. EXPERIMENT

A vast number of 2 ml whole human blood samples were collected by the Gdańsk Blood Donor Centre from a wide and representative group of healthy donors with variable blood parameters, most notably the hematocrit level in the samples varied from 30% to 50%. The Gdańsk Blood Donor Centre also performed reference measurement of the hematological parameters, such as hematocrit level in each blood sample using the standard procedures. The subsequent experimental process was performed carefully following all of the relevant laboratory procedures, especially controlling the temperature of blood samples. Both measurements were performed within 24 h from the donation to ensure correct and consistent results. For the Raman spectroscopy, 50 μl aliquots of blood were deposited in the form of a drop on an aluminum substrate and measured in a dark chamber. For low-coherence interferometry measurements, the sample was introduced into the Fabry-Perot cavity which filled it all up.

4. RESULTS

LCI was used to record spectral characteristics of the complex refractive index and attenuation of blood for a few excitation wavelengths. Measurements with the use of LCI set-up were focused on the determination of relationship between the spectral separation of the interference fringes in the recorded spectra and refractive index of patients' blood. However, the molecular composition of blood was investigated by the Raman spectroscopy. On the other hand, by combining these two methods, it is possible to perform complex analysis of a blood sample. For each blood sample, spectra were recorded simultaneously with the Raman spectrometer and LCI. The results of such measurement are shown in Fig. 2.

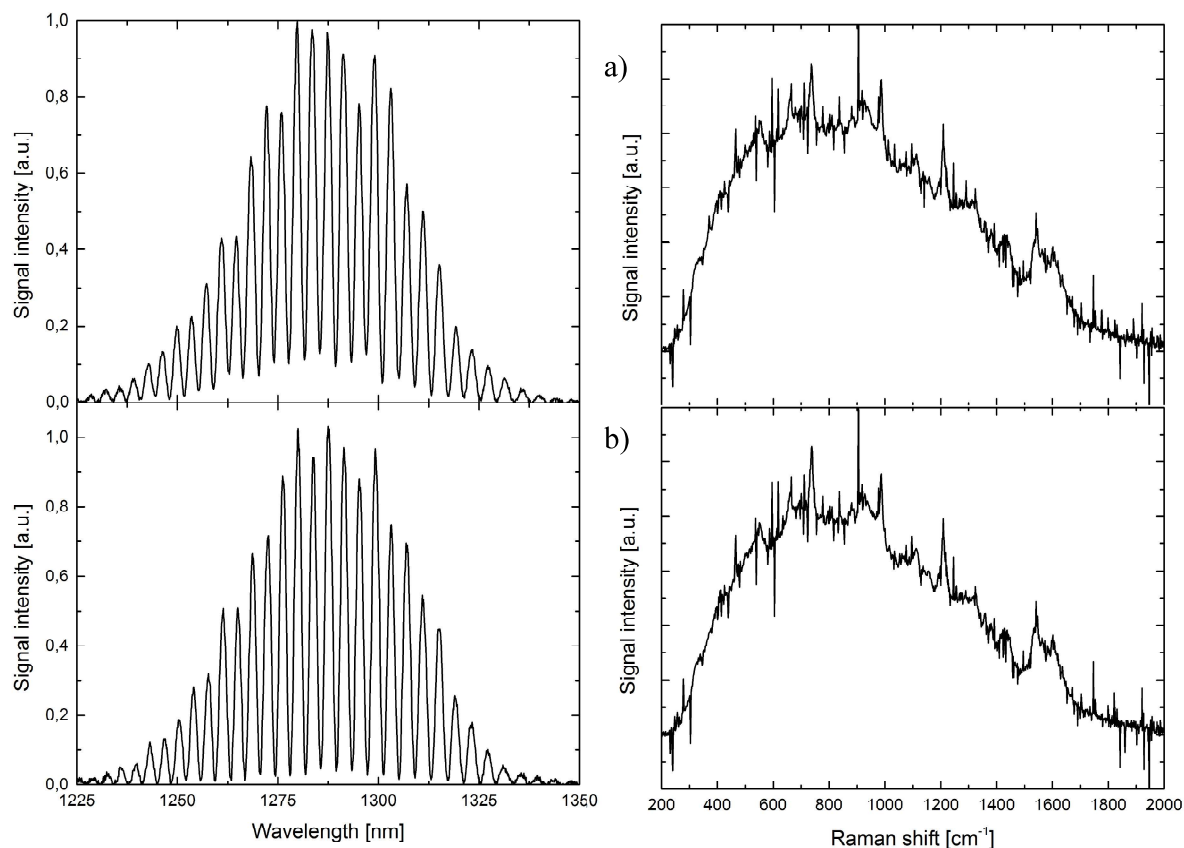


Fig. 2 Spectra from low-coherence interferometer (left) and from Raman spectrometer (right): a) blood sample from patient no. 1; b) blood sample from patient no. 2.

Measurement results for two exemplary blood samples from different patients, that is samples having various hematological parameters, are presented on Fig. 2. As can be noted from Fig. 2, even the analysis of the spectra of the LCI is sufficient to conclude that blood of these two patients is characterized by a different refractive index and attenuation. The measurement signal from LCI can be described as [9]:

$$I_{out}(\nu) = S(\nu)[1 + V_0 \cos(\Delta\Phi(\nu))], \quad (1)$$

where $S(\nu)$ is the spectral distribution of the light source, ν is $\lambda/2\pi$, V_0 is visibility of interference fringes, $\Delta\Phi(\nu)$ is the phase difference between interfering beams, $\Phi(\nu)$ is $2\pi\nu\delta/c$, δ is optical path difference, c is velocity of the light in vacuum.

Analysis of the measurement signal allows to link changes in the distance between interference fringes with blood hematological parameters.

Information about composition of each sample is contained in the Raman spectra and requires in-depth analysis. To improve the quality of the Raman spectra, due to the strong absorption of blood, high scattering and high levels of fluorescence background, it was necessary to use background correction during measurements and pre-processing procedures.

We have utilized a fast Fourier filtering for spike and noise removal, along with Savitzky-Golay smoothing. The spectra were normalized using sample normal variate (SNV) algorithm. Such prepared spectra were qualitatively analyzed, to locate and identify changes in the samples of whole blood from different patients. The analysis yielded information about the behavior of the spectra, which was exhibited by changes in the intensity of several spectral regions, caused by e.g. hemoglobin concentration, iron oxidation state, glucose. As there is no straight relation between change of spectra and blood parameters, two-modal multivariate calibration is applied.

We conclude, that a quantitative analysis may be carried out with grater dataset, which will allow statistical approach by employing multivariate models and classification algorithms [18-21], such as principle component analysis (PCA), partial least-square (PLS) regression, or support vector machines (SVM). Such approach will enable to determine the quantities of specific compounds in blood.

5. CONCLUSION

A series of in-vitro measurements were carried out to assess sufficient accuracy for monitoring of blood parameters. Vast number of blood samples from different donors with various parameters have been measured in order to achieve statistical significance of results and validation of the methods. Preliminary results indicate the benefits in combination of presented complementary methods and form the basis for development of a multimodal system for rapid and accurate optical determination of selected parameters in whole human blood. Simultaneous use of complementary optical methods can substantially increase measurement reliability, because low-coherence interferometric measurement is based on physical (mainly optical) properties of the investigated object, while Raman spectroscopy is based on study of its molecular composition. Future development of optical systems and multivariate calibration models are planned to extend the number of detected blood parameters and provide a robust quantitative multi-component analysis.

ACKNOWLEDGEMENTS

This study was partially supported by the National Science Center, Poland under the grant 2011/03/D/ST7/03540, by the Faculty of Electronics, Telecommunication and Informatics of the Gdańsk University of Technology – DS Programs. Authors wish to thank researchers from VTT- Technical Research Centre of Finland (Oulu) and from the University of Oulu - Optoelectronics and Measurement Techniques Laboratory for providing spectrometer VTT Ramstas.

REFERENCES

- [1] Miekisch, W, Schubert, J.K., Vagts, D.A, Geiger, K., "Analysis of volatile disease markers in blood," Clin Chem. 47(6), 1053-60 (2001).
- [2] Mochalski, P., King, J., Haas, M., Unterkofler, K., Amann, A. and Mayer, G., "Blood and breath profiles of volatile organic compounds in patients with end-stage renal disease," BMC Nephrology, (2014).
- [3] Carmona, P., Molina, M., Calero, M., Bermejo-Pareja, F., Martínez-Martín, P., Alvarez, I., Toledano, A., "Infrared spectroscopic analysis of mononuclear leukocytes in peripheral blood from Alzheimer's disease patients," Anal Bioanal Chem. 402(6), 2015-21 (2012).
- [4] Handin, R., Lux, S., Stossel, T., [Blood: Principles & Practice of Hematology], Lippincott Williams & Wilkins, Philadelphia, (2003).
- [5] Greer, J., Foerster, J., Rodgers, G., Paraskevas, F., Glader, B., Arber, D., Means, R., [Wintrobe's Clinical Hematology], Lippincott Williams & Wilkins, Philadelphia, (2008).
- [6] L'opez-Higuera, J., [Handbook of optical fiber sensing technology], John Wiley & Sons Ltd., Chichester, 705 (2002).

- [7] Kraszewski, M., Trojanowski, M. and Strąkowski M.R., “Quantitative comparison of analysis methods for spectroscopic optical coherence tomography: comment,” *Biomedical Optics Express* 5(9), 3023-3033 (2014).
- [8] Karpienko, K., Wróbel, M. S., Jędrzejewska-Szczerska, M., “Determination of refractive index dispersion using fiber-optic low-coherence Fabry–Perot interferometer: implementation and validation,” *Opt. Eng* 53(7), 077103–077103 (2014).
- [9] Jędrzejewska-Szczerska, M., “Measurement of complex refractive index of human blood by low-coherence interferometry,” *Eur. Phys. J. Special Topics* 222, 2367–2372 (2013).
- [10] Egorov, S.A., Ershov, Y.A., Likhachiev, I.G., Mamaev A.N., “Spectrally encoded fiber optic sensors based on Fabry-Perot interferometer,” *Proc. SPIE* 1972, 362 (1993).
- [11] Jędrzejewska-Szczerska, M., Gnyba, M., “Optical Investigation of Hematocrit Level in Human Blood,” *Acta. Phys. Pol. A.* 120(4), 642–646 (2011).
- [12] Jędrzejewska-Szczerska, M., “Response of a New Low-Coherence Fabry-Perot Sensor to Hematocrit Levels in Human Blood,” *Sensors* 14(4), 6965–6976 (2014).
- [13] Jędrzejewska-Szczerska, M., Karpienko, K., Landowska, A., “System supporting behavioural therapy of for children with autism,” *Journal of Innovative Optical Health Sciences* 8 (3), 1541008-1 – 1541008-8 (2015).
- [14] Niemelä, P., Suhonen, J., “Rugged Fiber-Optic Raman Probe for Process Monitoring Applications,” *Applied Spectroscopy* 55(10), 1337-1340 (2001).
- [15] Gnyba, M., Keränen M., Maaninen, A., Suhonen, J., Jędrzejewska-Szczerska, M., Kosmowski, B.B., Wierzba, P., “Raman system for on-line monitoring and optimization of hybrid polymer gelation,” *Opto-Electronics Review* 13(1), 9-17 (2005).
- [16] Gnyba, M., Keraenen, M., “Optical investigation of molecular structure of sophisticated materials for photonics,” *Proc. SPIE* 5125, 339–344 (2003).
- [17] Gnyba, M., Jędrzejewska-Szczerska, M., Wróbel, M. S., “Raman spectroscopic investigation of blood and related materials,” *Proc. SPIE* 9448, 944809 (2014).
- [18] Barman, I., Kong, C.-R., Dingari, N. C., Dasari, R. R., Feld, M. S., “Development of Robust Calibration Models Using Support Vector Machines for Spectroscopic Monitoring of Blood Glucose,” *Anal. Chem.* 82(23), 9719–9726 (2010).
- [19] Barman, I., Dingari, N.C., Singh, G.P., Soares, J.S., Dasari, R.R., Smulko, J.M., “Investigation of noise-induced instabilities in quantitative biological spectroscopy and its implications for noninvasive glucose monitoring,” *Anal. Chem.* 84(19), 8149-8156 (2012).
- [20] Cunningham, D.D., Stenken, J. A., [In Vivo Glucose Sensing], Wiley, Hoboken, N.J. (2009)
- [21] Kwiatkowski, A., Gnyba, M., Smulko, J.M., Wierzba, P., “Algorithms of chemicals detection using Raman spectra,” *Metrology and Measurement Systems* 17, 549-559 (2010).



E. Blood equivalent phantom vs whole human blood, a comparative study

Samodzielny wkład autora rozprawy w powstanie tej publikacji polegał na udziale w:

1. Przeprowadzeniu eksperymentów z wykorzystaniem interferometrii niskokoherencyjnej, których wyniki wykorzystano w publikacji;
2. Przetwarzaniu danych i interpretacji wyników pomiarów interferometrycznych;
3. Przygotowaniu części rysunków;
4. Napisaniu części manuskryptu.



Blood equivalent phantom vs whole human blood, a comparative study

K. Karpienko, M. Gnyba, D. Milewska, M. S. Wróbel and M. Jędrzejewska-Szczerska*

*Department of Metrology and Optoelectronics
Faculty of Electronics, Telecommunications and Informatics
Gdańsk University of Technology
11/12 Narutowicza 80-233 Gdańsk, Poland
mjedrzej@eti.pg.gda.pl

Received 30 July 2015

Accepted 26 October 2015

Published 22 December 2015

Preclinical research of biomedical optoelectronic devices is often performed with the use of blood phantoms — a simplified physical model of blood. The aim of this study is the comparison and distinction between blood phantoms as well as whole human blood measurements. We show how the use of such phantoms may influence the incorrect interpretation of measured signal. On the other hand, we highlight how the use of blood phantoms enables to investigate the phenomena that otherwise are almost impossible to be noticed.

Keywords: Blood phantoms; low-coherence interferometry; absorption spectroscopy; Raman spectroscopy.

1. Introduction

Novel optical measurement^{1–4} and imaging^{5–9} methods for biomedicine require preclinical optimization and calibration. Such calibration is performed on standardized phantoms — simplified physical models of tissues.^{10–12} Especially, phantoms simulating optical properties of skin^{13–15} are used for testing noninvasive optical devices. Similarly, blood monitoring^{16,17} devices have to be calibrated with the use of blood-equivalent phantoms as well. Typically, a physical blood phantom is

obtained by suspension of red blood cells (RBCs) into the isotonic saline solution. The use of phantoms allows to improve repeatability of measurement results, because phantoms are more stable over time. Moreover, using phantoms instead of human blood is much cheaper and more convenient. For these reasons, blood phantoms are commonly used in biomedical research as a simplified physical model of human blood. However, it is important to investigate how application of physical blood phantom instead of human blood, can influence on measurements results. This study presents the

*Corresponding author.

This is an Open Access article published by World Scientific Publishing Company. It is distributed under the terms of the Creative Commons Attribution 4.0 (CC-BY) License. Further distribution of this work is permitted, provided the original work is properly cited.

comparison and differentiation between blood-equivalent phantoms and whole human blood measurements. We show how the use of such phantoms influences the measured signal and leads to its incorrect interpretation. On the other hand, we highlight how the use of blood phantoms enables us to investigate the phenomena that are otherwise obscured by other blood components, thus almost impossible to notice. We use two complementary methods: low-coherence interferometry^{18,19} and absorption spectroscopy^{20–24} to detect the differences in properties of the sample. The measurements were performed on whole blood, blood plasma as well as a blood-equivalent phantom (see Sec. 2.1.3).

2. Materials and Methods

2.1. Investigated samples

In order to detect differences between blood-equivalent phantoms and whole blood, we have measured whole human blood²⁵ as well as each of its main constituents: red blood cells and blood plasma. Blood plasma mostly consists of water (approximately 90%), proteins (about 7%) and small quantities of salt and minerals.^{25,26}

2.1.1. Whole human blood

Blood samples were obtained from healthy volunteers and therefore our measurement range of the haematocrit (HCT) was limited to the values of about 30% to 50%. A set of 2 mL blood samples with various HCT levels was provided by the Gdańsk Blood Donor Center, which also performed reference measurement of the haematological parameters in each blood sample using the standard procedure. Both measurements were performed up to 6 h from the blood donation to ensure correct and consistent results.

2.1.2. Blood plasma

Blood plasma was obtained with regard to blood plasma preparation protocols by centrifugation of the whole blood sample at high speed for 15 min. There are three distinct layers resulting from centrifugation: plasma, white blood cells and RBCs (from top to bottom) from which the plasma is selected.

2.1.3. Blood phantom

The blood phantom is obtained through the suspension of RBCs into the isotonic saline solution.¹¹ The RBCs are obtained by multiple centrifugation of whole blood sample, which divides the blood into separate components, that is: plasma and RBCs. The supernatant plasma is removed from the sample and discarded. Subsequently, the remaining RBCs are washed with isotonic saline solution. Thus, plasma is completely removed and exchanged for saline.

2.2. Experimental setup

An experimental setup was designed and built accordingly to the layout shown in Fig. 1. It consists of a low-coherence interferometer (Fig. 1 top part of image), an optical absorption spectrometer (Fig. 1 middle part of image) and a Raman spectrometer setup (Fig. 1 bottom part of image).

2.2.1. Low-coherence interferometry

In low-coherence interferometer^{27,28} (shown in Fig. 2), we applied three interchangeable superluminescent diodes (SLED) with Gaussian spectral density (by Superlum Ltd., Ireland) type: S-930-B-I-10 (central wavelength $\lambda = 935$ nm, bandwidth $\Delta\lambda_{\text{FWHM}} = 70$ nm), S1300-G-I-20 ($\lambda = 1290$ nm, $\Delta\lambda_{\text{FWHM}} = 50$ nm), and S-1550-G-I-20 ($\lambda = 1550$ nm, $\Delta\lambda_{\text{FWHM}} = 45$ nm) as a broadband source. An Ando AQ6319 optical spectrum analyzer with resolution bandwidth set to 1 nm was used in the

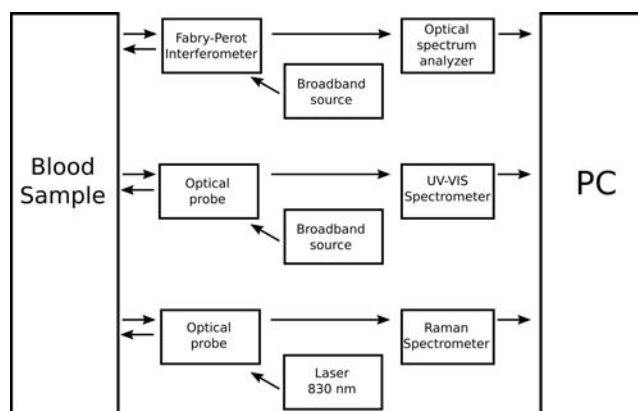


Fig. 1. The layout of experimental setup: low-coherence interferometer (top part of image), optical absorption spectrometer (middle part of image), Raman spectrometer (bottom part of image).

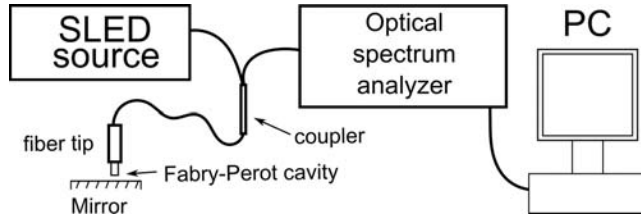


Fig. 2. Low-coherence interferometer laboratory setup.

detection setup. All interconnections, as well as the coupler, were made from single-mode commercially available, telecommunications fiber SMF-28. The Fabry–Perot interferometer was formed by the uncoated end surface of the single-mode fiber and the silver mirror. In order to precisely control the position of the optical fiber, the micromechanical custom-made system was utilized. The Fabry–Perot cavity had the length of $200\ \mu\text{m}$, visibility of the measured signal fringes reached the value up to 0.95.

2.2.2. Absorption spectroscopy

The absorption spectra were recorded on a custom made laboratory setup in a transmission mode. The absorption spectroscopy measurement system (Fig. 3) comprises of the commercial miniature CCD-based VIS-NIR ($\sim 400\text{--}900\ \text{nm}$) spectrometer (USB4000, Ocean Optics Inc., USA), a tungsten light source, delivery and collection fibers, and a sample holder with vertical geometry (Fig. 3).

Samples were introduced into a $0.1\ \text{mm}$ thick rectangular quartz capillary to reduce the optical path length, thus allowing for measurements of whole, undiluted blood samples. This was crucial because very high absorbance of blood, in the region of the Soret and Q bands, rendered them unusable due to noise, in the case of very high HCT% levels. Therefore, the heavily-distorted spectra were usually truncated to the usable NIR region. The spectra

were later pre-processed with common de-noising algorithms such as Savitzky–Golay and fast Fourier transform filtering.²⁹ The spectra were also normalized with a Standard Normal Variate normalization algorithm. The integration time was 200 ms with over 20 averages for blood and RBC samples.

2.2.3. Raman spectroscopy

Raman spectroscopy setup for measurements of blood samples and related materials utilizes $830\ \text{nm}$ excitation wavelength to reduce influence of fluorescence and other optical background signals. It is based on pre-commercial Raman spectrometer Ramstas developed by the VTT — Technical Research Center of Finland. Laser beam is transmitted through the fiber to the probe, filtered and focused on the sample. Power on the sample was $100\ \text{mW}$, which reduces the risk of thermal damage of the sample. Collected scattered radiation is filtered to remove laser wavelength and transmitted to spectrograph and TE-cooled CCD array ($250\ \text{K}$). Signals are collected in Stokes range from 200 to $2000\ \text{cm}^{-1}$. Spectral resolution of the setup is about $8\ \text{cm}^{-1}$. Averaging and instrument background correction were applied during spectra acquisition (time of single acquisition was $2\ \text{s}$, i.e., after 150 to 300 averages).

2.3. Measurement procedure

The subsequent experimental process was conducted carefully, all of the relevant laboratory procedures were followed, especially the procedure related to controlling the temperature of liquid samples. For each sample under investigation, the measurement signals from each setup were recorded for further analysis. Spectral characteristics of optical parameters, such as the complex refractive index, dispersion of refractive index, absorption and

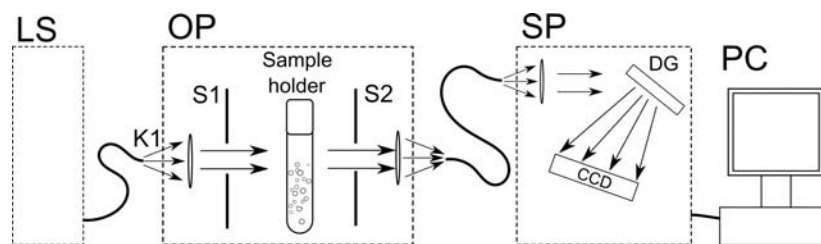


Fig. 3. Absorption spectroscopy laboratory setup (LS — broadband light source, OP — optical probe, SP — spectrometer, K1 — collimator, S1, S2 — slits, DG — diffraction grating).

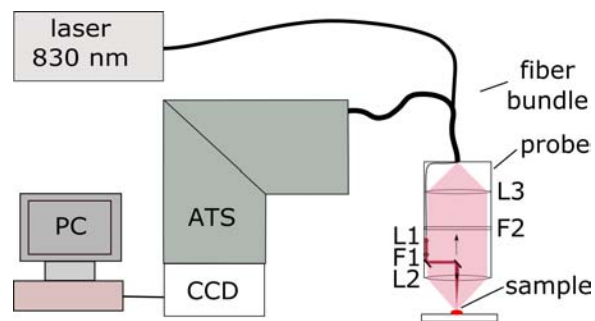


Fig. 4. Raman spectroscopy laboratory setup. L1–L3 — lenses, F1 — laser line filter, F2 — longpass filter, ATS — axial transmissive spectrograph.

Raman spectra were investigated by means of optical and Raman spectroscopy, and by low-coherence interferometric measurements carried out for multiple excitation wavelengths.

3. Results

3.1. Low-coherence interferometry

More than 100 measurements of blood plasma and saline, with the use of low-coherence interferometry setup, were conducted. Representative registered spectra for the central wavelength of 1550 nm are presented in Fig. 5.

Spectral separation for plasma and saline were obtained from registered spectra. Then, dispersion of refractive indices of these two substances were calculated (see Fig.6) using previously developed and validated procedures.^{30,31} The reference measurement (empty Fabry–Perot cavity) was used for verification of working conditions of the measurement setup.

Analysis of obtained results allowed us to confirm the unequivocal relationship between the measured

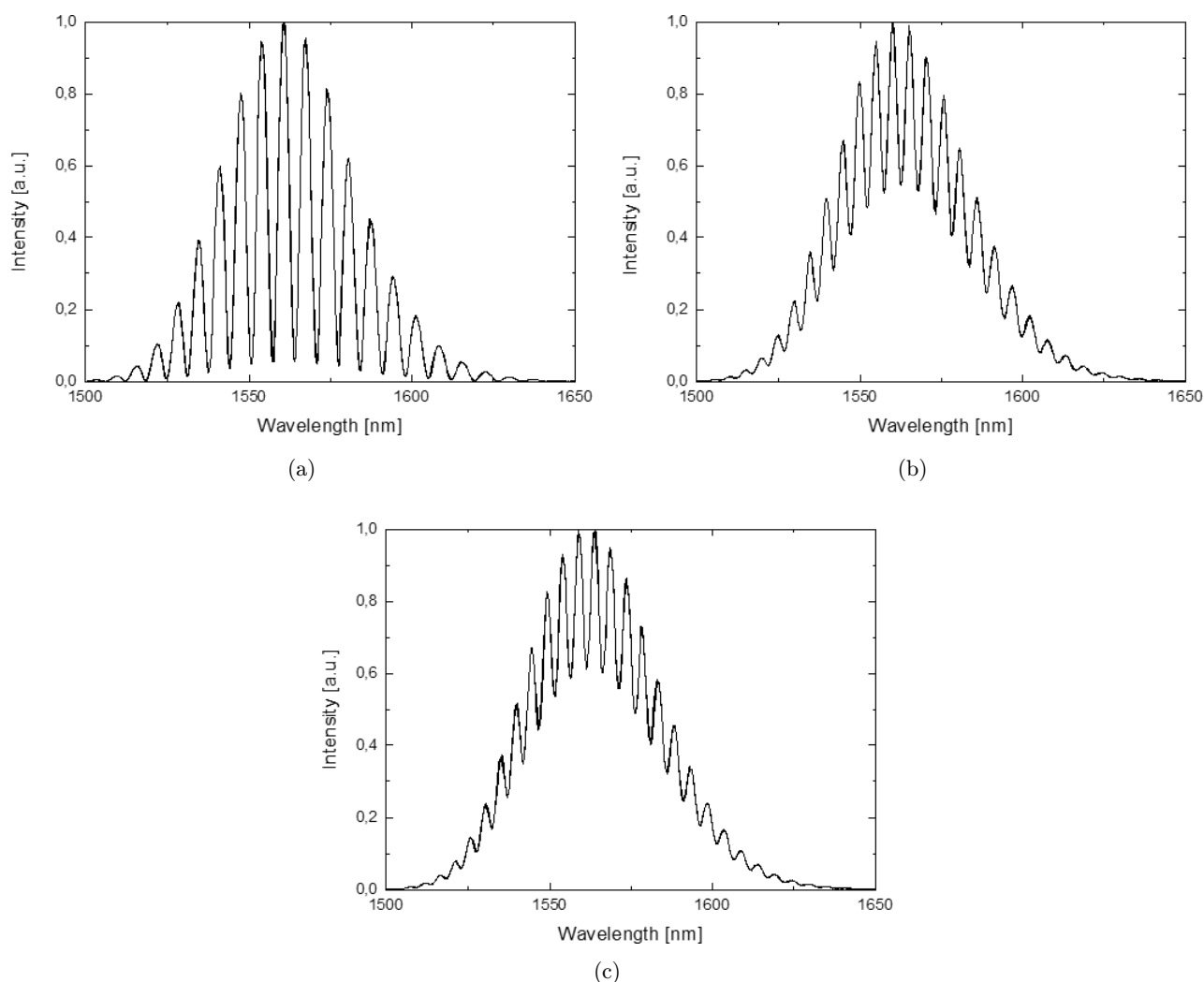


Fig. 5. Representative registered spectra for the central wavelength of 1550 nm: (a) reference measurement; (b) saline; (c) plasma.

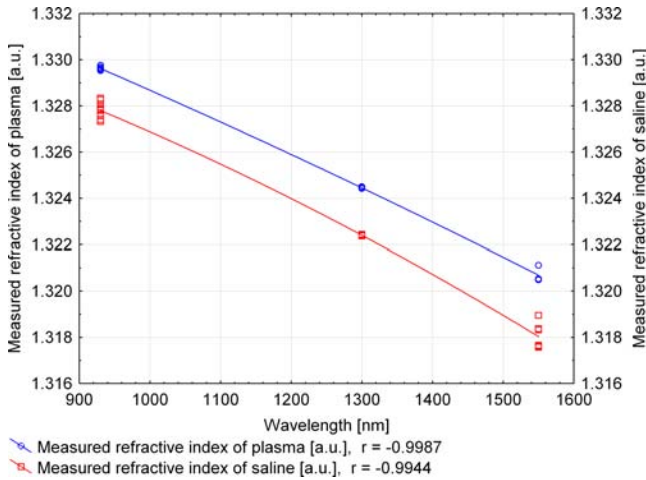


Fig. 6. Dispersion characteristics of saline and plasma.

signal from low-coherence interferometer and the refractive index of samples shown in Fig. 6.

Calculated strong negative r -Pearson correlations ($r = -0.9987$ for plasma and $r = -0.9944$ for saline) confirm the precision of measured refractive indices of blood plasma as well as saline solution. It can be concluded that the refractive index of plasma is greater than that of saline by about 0.002 at 930 nm and this difference increases with the wavelength, up to about 0.003 at 1550 nm.

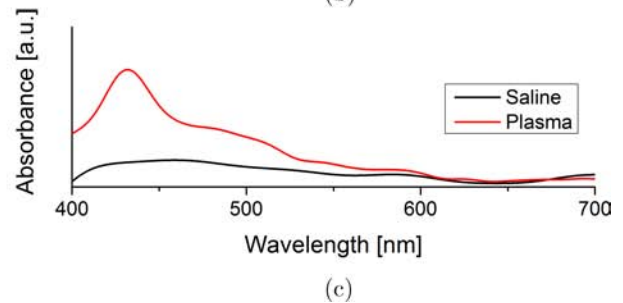
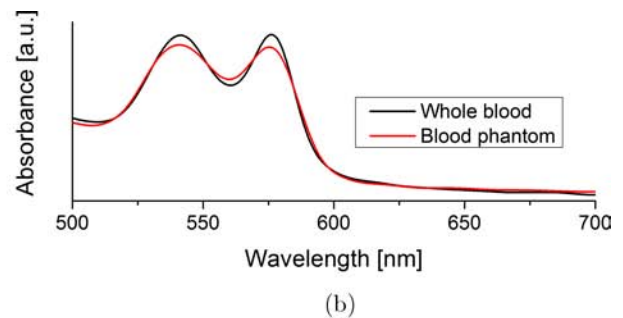
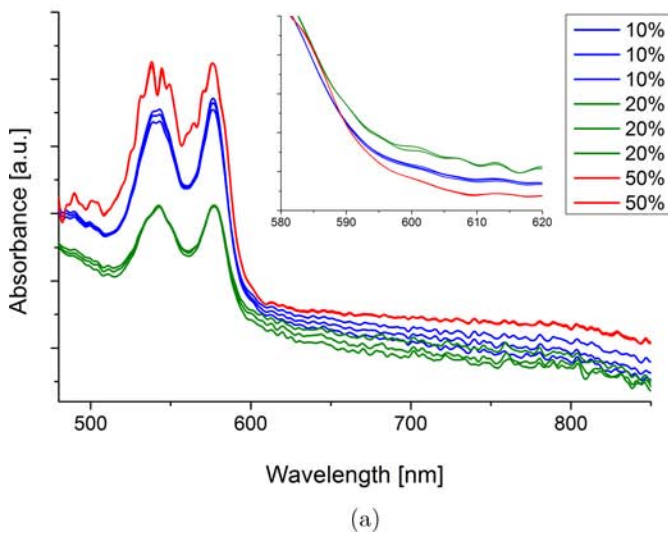


Fig. 7. Comparison of absorption spectra of blood constituents: (a) Comparison of washed erythrocytes (blood phantom) with various HCT levels; the inset presents the change in the slope of absorbance in 580 – 620 nm range on normalized spectra. (b) Comparison of absorbance of whole blood and phantom at HCT of about 50% in both cases. (c) Comparison of absorbance of saline and plasma.

3.2. Absorption spectroscopy

Absorption spectra of whole human blood are dominated by characteristic haemoglobin absorption bands, the Soret band at 420 nm and a double Q-band in the 500 – 600 nm range.^{32,33} The remaining parts of the spectra are rather flat and slightly inclined. Due to high absorption causing low signal-to-noise ratio for wavelengths near Soret band, we focus our analysis on longer wavelengths. In order to perform absorption spectroscopy measurements, we have prepared a range of phantoms with various HCT levels, as presented in Fig. 6(a).

It can be seen that although the haemoglobin absorption bands remain unaffected, the baseline slope of washed erythrocytes is more inclined than that of the whole blood (Fig. 7(a)). This effect is caused by the change in the scattering of the sample which influences the overall attenuation of light. The higher scattering is caused by higher refractive index mismatch³⁴ between the RBCs³⁵⁻³⁷ and the medium surrounding them, caused by exchange of plasma with saline, of the refractive index value 1.330 and 1.328 at 930 nm, respectively (see Fig. 7). This effect is also increased by higher concentration of RBCs. A phantom created with 50% HCT, the same as the blood sample, shows only slightest difference in comparison with a whole

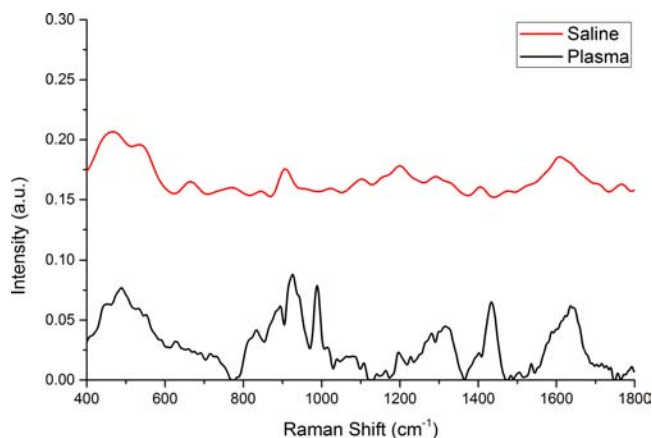


Fig. 8. Comparison of Raman spectra of blood plasma and saline.

blood sample, when considering 500 – 700 nm wavelength range. Yet, it can be seen, especially at the edges of that range, that the slope is slightly more inclined in the case of a phantom. The relation between these values is not straightforward, since the absorbance and scattering both contribute to the total absorbance of the sample, thus, they are intertwined in the case of transmission spectrometer setup. Other parameters of RBCs such as the total amount of haemoglobin, its content in erythrocyte, erythrocyte size distribution, etc. come into effect as well. On the other hand, the composition of plasma is an ensemble of a multitude of chemical substances, mainly proteins, along with platelets and white blood cells. Comparison of saline solution with plasma (Fig. 6(c)) shows that saline has no influence on the spectra, while plasma exhibits broad absorption band between 400 and 500 nm, which corresponds to the presence of proteins and other blood cells.

3.3. Raman spectroscopy

We have used Raman spectroscopy to compare the chemical composition of plasma and saline. Spectrum of the plasma is strongly distorted by optical background and the number of the bands that can be clearly detected is limited. Thus, data were processed by smoothing FFT-filtering and optical background removal.³⁸ Result of the data processing (Fig. 8) shows that the acquired spectral profile of plasma is very similar to those presented in the literature,^{39,40} with prominent bands related mostly to the presence of proteins. Spectrum of saline is, as

expected, void of identifiable features, and the detected signal is on similar levels as the background and noise interference. Thus, we can confirm the composition of saline (water, salt) and prove that there are no detectable impurities present in the spectrum of saline.

4. Discussion

We used complementary optical methods: low-coherence interferometry, absorption spectroscopy, and Raman spectroscopy to investigate the differences in, both physical and chemical, composition of the samples. The measurements were performed on whole blood, blood plasma, as well as blood-equivalent phantoms prepared as a suspension of washed erythrocytes in saline. The low coherence measurements provide insight into the change of refractive index caused solely by the plasma and saline. We observed small yet important differences in refractive indices of about 0.002 at 930 nm that increased with the wavelength. In case of blood absorption, only a phantom with standard physiological concentration of 50% HCT was comparable to the whole blood, although not precisely. However, exchange of plasma with saline causes clearly visible changes in the scattering-influenced slope in blood spectra, especially when considering smaller HCT levels, in which the volume of plasma has greater influence. Raman spectroscopy explains the difference in refractive index between plasma and saline by confirming the presence of proteins and other constituents of plasma which increase the refractive index. We have shown that blood-equivalent phantom cannot be considered as a full representation of blood. Therefore, application of such phantoms cannot be used as a calibration standard for optical biomedical devices.

The investigation covered a full range of blood parameters from healthy person as well as abnormalities in the blood composition. Therefore, we ensure that our conclusions are valid for wide range of variability in investigated samples. Presented results may find application in testing various optical detection methods in biology and medicine, such as other spectroscopic^{41–44} as well as low-coherence methods.^{45–47}

In the case of not chemically-specific methods, the phantoms have certain viability as a first-trial physical model, as they are easier to handle and

their parameters can be easily modified (ex. diluted to decrease HCT%). However, in the case of chemically-specific methods, such as fluorescence or Raman spectroscopy, those phantoms present an over-simplified case. Most of blood sample variability is due to the changes in chemical composition of plasma, which is specific for each patient. Thus, the phantoms in which the plasma is exchanged for saline, are void of huge information (or noise) component. This in turn would cause a great reduction in sample variability, enabling to build calibration models easily, but is completely useless for a real-case application, where the individual variability is a major challenge.⁴⁸

In the case of fluorescence, the blood spectra are dominated by haemoglobin fluorescence from the RBCs. The blood-equivalent phantoms should be a viable model in this case for exploring the autofluorescence and photobleaching effects,⁴⁹ yet only to the extent when the fluorescence from chemical compounds in plasma can be neglected. In other cases, such phantoms are also unrealistic over-simplified models which fall short for real-application cases.

Investigation on pulse light response from absorbing and scattering materials (such as solid tissues and blood) could be a good application for discussed phantoms. This would be beneficial especially in the case of noninvasive measurement techniques, and aid in the development of fiber-optical probes and other light collection equipment.⁵⁰

The use of presented blood phantoms is a widespread practice in current biophotonics research. However, recent findings show the possible solution to the problem, and propose methods which do not require previous calibration,⁵¹ thus removing the need for phantoms of any kind altogether. Yet, until such methods are fully developed, the use of phantoms still remains commonplace.

Acknowledgment

This study was partially supported by the National Science Center under the Grant No. 2011/03/D/ST7/03540, as well as DS Programs of the Faculty of Electronics, Telecommunications and Informatics of the Gdańsk University of Technology. This study was approved by the Bioethics Committee of the Medical University of Lublin according to the

Guidelines for Good Clinical Practice on 20 December 2012 (protocol No. KE-0254/293/2012).

References

1. S. Hyttel-Sorensen *et al.*, “Calibration of a prototype NIRS oximeter against two commercial devices on a blood-lipid phantom,” *Biomed. Opt. Express* **4**(9), 1662–1672 (2013), doi:10.1364/BOE.4.001662.
2. M. Wojdyla, S. Raj, D. Petrov, “Absorption spectroscopy of single red blood cells in the presence of mechanical deformations induced by optical traps,” *J. Biomed. Opt.* **17**(9), 97006 (2012), doi:10.1117/1.JBO.17.9.097006.
3. J. Chaiken *et al.*, “Effect of hemoglobin concentration variation on the accuracy and precision of glucose analysis using tissue modulated, noninvasive, *in vivo* Raman spectroscopy of human blood: A small clinical study,” *J. Biomed. Opt.* **10**(3), 031111 (2005), doi:10.1117/1.1922147.
4. T. Myllylä *et al.*, “Human heart pulse wave responses measured simultaneously at several sensor placements by two MR-compatible fibre optic methods,” *J. Sens.* **2012**, 1–8 (2012), doi:10.1155/2012/769613.
5. A. Vogel *et al.*, “Using noninvasive multispectral imaging to quantitatively assess tissue vasculature,” *J. Biomed. Opt.* **12**(5), 051604 (2007), doi:10.1117/1.2801718.
6. H. S. Cho *et al.*, “High frame-rate intravascular optical frequency-domain imaging *in vivo*,” *Biomed. Opt. Express* **5**(1), 223–232 (2013), doi:10.1364/BOE.5.000223.
7. T. A. Valdez *et al.*, “Multi-color reflectance imaging of middle ear pathology *in vivo*,” *Anal. Bioanal. Chem.* **407**(12), 3277–3283 (2015), doi:10.1007/s00216-015-8580-y.
8. R. L. Barbour *et al.*, Validation of near infrared spectroscopic (NIRS) imaging using programmable phantoms, *Proc. SPIE 6870*, R. J. Nordstrom, Ed., p. 687002 (2008), doi:10.1117/12.769160.
9. M. Ali Ansari, S. Alikhani, E. Mohajerani, “A hybrid imaging method based on diffuse optical tomography and optomechanical method to detect a tumor in the biological phantom,” *Opt. Commun.* **342**, 12–19 (2015), doi:10.1016/j.optcom.2014.12.035.
10. M. S. Wróbel *et al.*, “Multi-layered tissue head phantoms for noninvasive optical diagnostics,” *J. Innov. Opt. Health Sci.* **8**, 1541005 (2015), doi:10.1142/S1793545815410059.
11. A. V. Bykov *et al.*, Skin phantoms with realistic vessel structure for OCT measurements, *Proc. SPIE 7376*, p. 73760F (2010), doi:10.1117/12.872000.

12. B. W. Pogue, M. S. Patterson, "Review of tissue simulating phantoms for optical spectroscopy, imaging and dosimetry," *J. Biomed. Opt.* **11**(4), 041102 (2006), doi:10.1117/1.2335429.
13. M. S. Wróbel et al., "Measurements of fundamental properties of homogeneous tissue phantoms," *J. Biomed. Opt.* **20**(4), 045004 (2015), doi:10.1117/1.JBO.20.4.045004.
14. T. Lister, P. A. Wright, P. H. Chappell, "Optical properties of human skin," *J. Biomed. Opt.* **17**(9), 0909011 (2012).
15. R. B. Saager et al., Multilayer silicone phantoms for the evaluation of quantitative optical techniques in skin imaging, 11 February 2010, p. 756706, doi:10.1117/12.842249.
16. I. Barman et al., "Turbidity-corrected raman spectroscopy for blood analyte detection," *Anal. Chem.* **81**(11), 4233–4240 (2009), doi:10.1021/ac8025509.
17. M. Meinke et al., "Chemometric determination of blood parameters using visible–near-infrared spectra," *Appl. Spectrosc.* **59**(6), 826–835 (2005).
18. M. Jędrzejewska-Szczerska, "Measurement of complex refractive index of human blood by low-coherence interferometry," *Eur. Phys. J. Spec. Top.* **222**(9), 2367–2372 (2013), doi:10.1140/epjst/e2013-02018-7.
19. K. Karpienko, M. S. Wróbel, M. Jędrzejewska-Szczerska, "Determination of refractive index dispersion using fiber-optic low-coherence Fabry–Perot interferometer: Implementation and validation," *Opt. Eng.* **53**(7), 077103 (2014), doi:10.1117/1.OE.53.7.077103.
20. S. L. Upstone, Ultraviolet/visible light absorption spectrophotometry in clinical chemistry, *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, John Wiley & Sons, New York (2006).
21. M. F. Merrick, H. L. Pardue, "Evaluation of absorption and first-and second-derivative spectra for simultaneous quantification of bilirubin and hemoglobin," *Clin. Chem.* **32**(4), 598–602 (1986).
22. W. G. Zijlstra, A. Buursma, "Spectrophotometry of hemoglobin: Absorption spectra of bovine oxyhemoglobin, deoxyhemoglobin, carboxyhemoglobin, and methemoglobin," *Comp. Biochem. Physiol. B Biochem. Mol. Biol.* **118**(4), 743–749 (1997).
23. V. V. Tuchin, *Optical Clearing of Tissues and Blood*, SPIE Press, USA (2006).
24. M. Jędrzejewska-Szczerska et al., "Spectroscopic wireless sensor of hematocrit level," *Sens. Actuators Phys.* **202**, 8–12 (2013), doi:10.1016/j.sna.2013.03.040.
25. B. Ciesla, *Hematology in Practice*, F. A. Davis, Philadelphia (2007).
26. H. Theml et al., *Color Atlas of Hematology: Practical Microscopic and Clinical Diagnosis*, Thieme, Stuttgart; New York (2004).
27. M. Jędrzejewska-Szczerska, M. Gnyba, B. B. Kosmowski, "Low-coherence fibre-optic interferometric sensors," *Acta Phys. Pol. A* **120**, 621–624 (2011).
28. J. Pluciski et al., "Optical low-coherence interferometry for selected technical applications," *Bull. Pol. Acad. Sci. Tech. Sci.* **56**, 155–172 (2008).
29. R. Z. Morawski, "Measurement data processing in spectrophotometric analysers of food," *Metrol. Meas. Syst.* **19**(4), 623–652 (2012), doi:10.2478/v10178-012-0056-1.
30. M. Jędrzejewska-Szczerska, "Response of a new low-coherence fabry-perot sensor to hematocrit levels in human blood," *Sensors* **14**(4), 6965–6976 (2014), doi:10.3390/s140406965.
31. M. Jędrzejewska-Szczerska, M. Gnyba, M. Kruczowski, Low-coherence method of hematocrit measurement, *2011 Federated Conf. Computer Science and Information Systems (FedCSIS)*, pp. 387–391 (2011).
32. D. J. Faber et al., "Oxygen saturation-dependent absorption and scattering of blood," *Phys. Rev. Lett.* **93**(2), 028102 (2004), doi:10.1103/PhysRevLett.93.028102.
33. N. Bosschaart et al., "A literature review and novel theoretical approach on the optical properties of whole blood," *Lasers Med. Sci.* **29**(2), 453–479 (2014), doi:10.1007/s10103-013-1446-7.
34. M. Friebe et al., "Determination of optical properties of human blood in the spectral range 250 to 1100 nm using Monte Carlo simulations with hematocrit-dependent effective scattering phase functions," *J. Biomed. Opt.* **11**(3), 034021 (2006), doi:10.1117/1.2203659.
35. O. Sydoruk et al., "Refractive index of solutions of human hemoglobin from the near-infrared to the ultraviolet range: Kramers-Kronig analysis," *J. Biomed. Opt.* **17**(11), 115002 (2012), doi:10.1117/1.JBO.17.11.115002.
36. O. Zhernovaya et al., "The refractive index of human hemoglobin in the visible range," *Phys. Med. Biol.* **56**(13), 4013–4021 (2011), doi:10.1088/0031-9155/56/13/017.
37. M. Friebe, M. Meinke, "Model function to calculate the refractive index of native hemoglobin in the wavelength range of 250–1100 nm dependent on concentration," *Appl. Opt.* **45**(12), 2838–2842 (2006).
38. B. D. Beier, A. J. Berger, "Method for automated background subtraction from Raman spectra containing known contaminants," *Analyst* **134**(6), 1198–1202 (2009).

39. J. L. Pichardo-Molina *et al.*, "Raman spectroscopy and multivariate analysis of serum samples from breast cancer patients," *Lasers Med. Sci.* **22**(4), 229–236 (2007).
40. A. Bonifacio *et al.*, "Surface-enhanced Raman spectroscopy of blood plasma and serum using Ag and Au nanoparticles: A systematic study," *Anal. Bioanal. Chem.* **406**(9/10), 2355–2365, (2014).
41. B. S. S. Anand, N. Sujatha, "Fluorescence quenching effects of hemoglobin on simulated tissue phantoms in the UV–Vis range," *Meas. Sci. Technol.* **23**(2), 025502 (2012), doi:10.1088/0957-0233/23/2/025502.
42. V. O. Korhonen *et al.*, "Light propagation in NIR spectroscopy of the human brain," *IEEE J. Sel. Top. Quantum Electron.* **20**(2), 1–10 (2014), doi:10.1109/JSTQE.2013.2279313.
43. D. Milej *et al.*, "Advantages of fluorescence over diffuse reflectance measurements tested in phantom experiments with dynamic inflow of ICG," *Opto-Electron. Rev.* **18**(2), 208–213 (2010), doi:10.2478/s11772-010-0013-z.
44. T. A. Valdez *et al.*, "Multiwavelength fluorescence otoscope for video-rate chemical imaging of middle ear pathology," *Anal. Chem.* **86**(20), 10454–10460 (2014), doi:10.1021/ac5030232.
45. E. Alarousu *et al.*, "Noninvasive glucose sensing in scattering media using OCT, PAS, and TOF techniques," *Proc. SPIE 5474*, V. V. Tuchin, Ed., pp. 33–41 (2004), doi:10.1117/12.578321.
46. A. V. Bykov *et al.*, "Multilayer tissue phantoms with embedded capillary system for OCT and DOCT imaging," *Proc. SPIE 8091*, p. 80911R (2011), doi:10.1117/12.889923.
47. N. Bosschaart *et al.*, "In vivo low-coherence spectroscopic measurements of local hemoglobin absorption spectra in human skin," *J. Biomed. Opt.* **16**(10), 100504 (2011), doi:10.1117/1.3644497.
48. R. Pandey *et al.*, "Emerging trends in optical sensing of glycemic markers for diabetes monitoring," *TrAC Trends Anal. Chem.* **64**, 100–108 (2015), doi:10.1016/j.trac.2014.09.005.
49. I. Barman *et al.*, "Effect of photobleaching on calibration model development in biological Raman spectroscopy," *J. Biomed. Opt.* **16**(1), 011004 (2011), doi:10.1117/1.3520131.
50. C.-R. Kong *et al.*, "A novel non-imaging optics based Raman spectroscopy device for transdermal blood analyte measurement," *AIP Adv.* **1**, 032175 (2011), doi:10.1063/1.3646524.
51. N. Spegazzini *et al.*, "Spectroscopic approach for dynamic bioanalyte tracking with minimal concentration information," *Sci. Rep.* **4**, 7013, (2014), doi:10.1038/srep07013.



F. Fiber optic displacement sensor with signal analysis in spectral domain

Samodzielny wkład autora rozprawy w powstanie tej publikacji polegał na udziale w:

1. Opracowaniu idei i zaprojektowaniu eksperymentów;
2. Przeprowadzeniu eksperymentów, których wyniki wykorzystano w publikacji;
3. Przetwarzaniu danych i interpretacji wyników pomiarów;
4. Napisaniu części manuskryptu.



Fiber optic displacement sensor with signal analysis in spectral domain

Katarzyna Karpienko*, Marcin Marzejon, Jerzy Pluciński
Gdańsk University of Technology, Faculty of Electronics, Telecommunications and Informatics,
Department of Metrology and Optoelectronics, 11/12 Gabriela Narutowicza Street, Gdańsk,
Poland 80-233

ABSTRACT

In this paper, a study of a low-coherence fiber optic displacement sensor is presented. The sensor consisted of a broadband source whose central wavelength was either at 1310 nm or 1550 nm, a sensing Fabry-Pérot interferometer operating in reflective mode and an optical spectrum analyzer acting as the detection setup. All these components were connected by a single-mode fiber coupler. Metrological parameters of the sensor were investigated for different lengths of the fiber connecting the sensing Fabry-Pérot interferometer (1 m and 10 m). For each length of the fiber, displacement in the range of 0 μm to 500 μm , in increments of 50 μm were measured. Obtained results indicate that the developed sensor is not sensitive to changes in attenuation in the optical path, thus enabling remote measurement of the displacement on long distances while maintaining a satisfactory accuracy.

Keywords: fiber-optic sensor, displacement sensor, low-coherence interferometry

1. INTRODUCTION

Optical fiber sensors are often used for measurements of various physical quantities, such as temperature or strain, especially in the applications where their small size, all-dielectric construction of the sensing part or immunity to electromagnetic interference (EMI) are needed. In some instances, the transducer has to be placed remotely from the source and the detection setup, with the length of lead-in and lead-out fibers reaching several hundred meters. With increasing length of these fibers the changes in their attenuation, induced by environmental factors, such as vibrations, adversely affect the operation of these sensors. While accuracy of most fiber optic sensors, especially intensity-modulated ones, is degraded by changes in attenuation of lead-in and lead-out fibers, a few classes of fiber optic sensors are immune to attenuation changes. These include sensors in which the measurand changes phase, fluorescence lifetime, or optical spectrum. An important class of sensors using changes in optical spectrum are low-coherence optical fiber sensors. They are used, among others, for the measurement of the refractive index dispersion, temperature or displacement¹⁻⁵. Moreover, by the use of nanomaterials as additives, fiber-optic sensors can be biocompatible and safe for medical applications⁶⁻⁸.

In this paper we present fiber optic displacement sensor with signal analysis in spectral domain. The greatest advantages of signal analysis in spectral domain is high measurement sensitivity and resolution, broad measurement range and ability to measure the absolute value of optical path differences of interfering beams.

2. METHOD

Low-coherence fiber optic sensor measurement setup consists of two broadband light sources (central wavelength equal 1300 nm and 1550 nm), an optical spectrum analyzer (Ando AQ6319), and a fiber 2x1 SM coupler which is simultaneously part of interferometer and a medium connecting all devices. Laboratory setup presented in fig. 1 was described in detail in literature⁹⁻¹⁰.

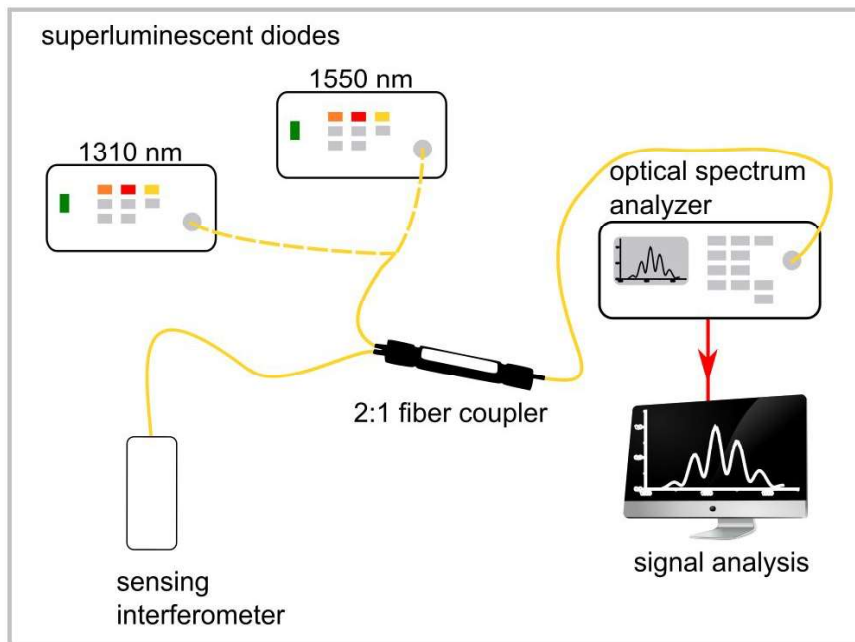


Figure 1. Low-coherence fiber optic sensor measurement setup consist two broadband light sources - superluminescent diodes (central wavelength equal 1300 nm and 1550 nm), an optical spectrum analyzer (Ando AQ6319), and a fiber 2x1 SM coupler.

Fiber-optic Fabry-Pérot sensing interferometer principle of operation is based on the interference between the beam reflected from fiber tip and beam reflected from silver mirror¹¹. In this case, part of the beam reflected to the fiber coat is not considered and fiber-optic Fabry-Pérot interferometer is treated as two-beam interferometer (see fig. 2a). Value of the measurand is determined from an analysis of the signal spectrum, as shown in fig. 2b.

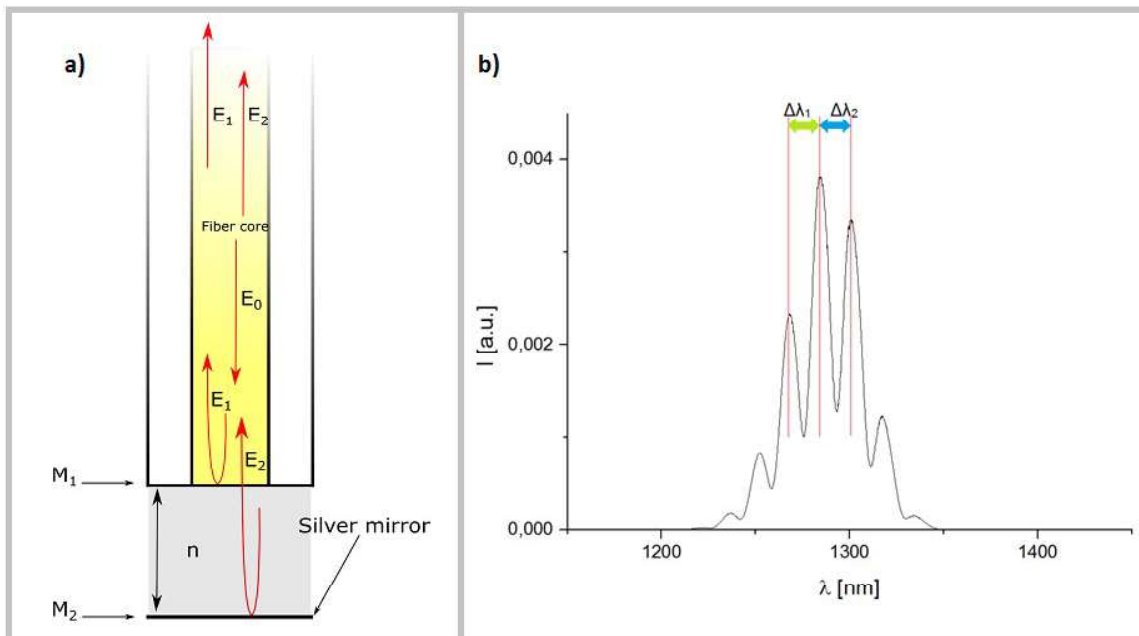


Figure 2. Fiber-optic Fabry-Pérot interferometer, where: M_1 – fiber tip as a semipermeable mirror, M_2 – silver mirror, n – width of Fabry-Pérot cavity, E_0 – light beam, E_1 , E_2 – interfering beams (a). Spectral domain analysis of the measurement signal – measured values can be determined on the basis of changes in spectral separation of the measured signal (b).

3. RESULTS

Series of measurement were performed during experiment. Displacement in the range of 0 μm to 500 μm , in increments of 50 μm were measured. Registered spectra for displacement of 50 μm , 150 μm and 250 μm for fiber length 1 m are presented in fig. 3.

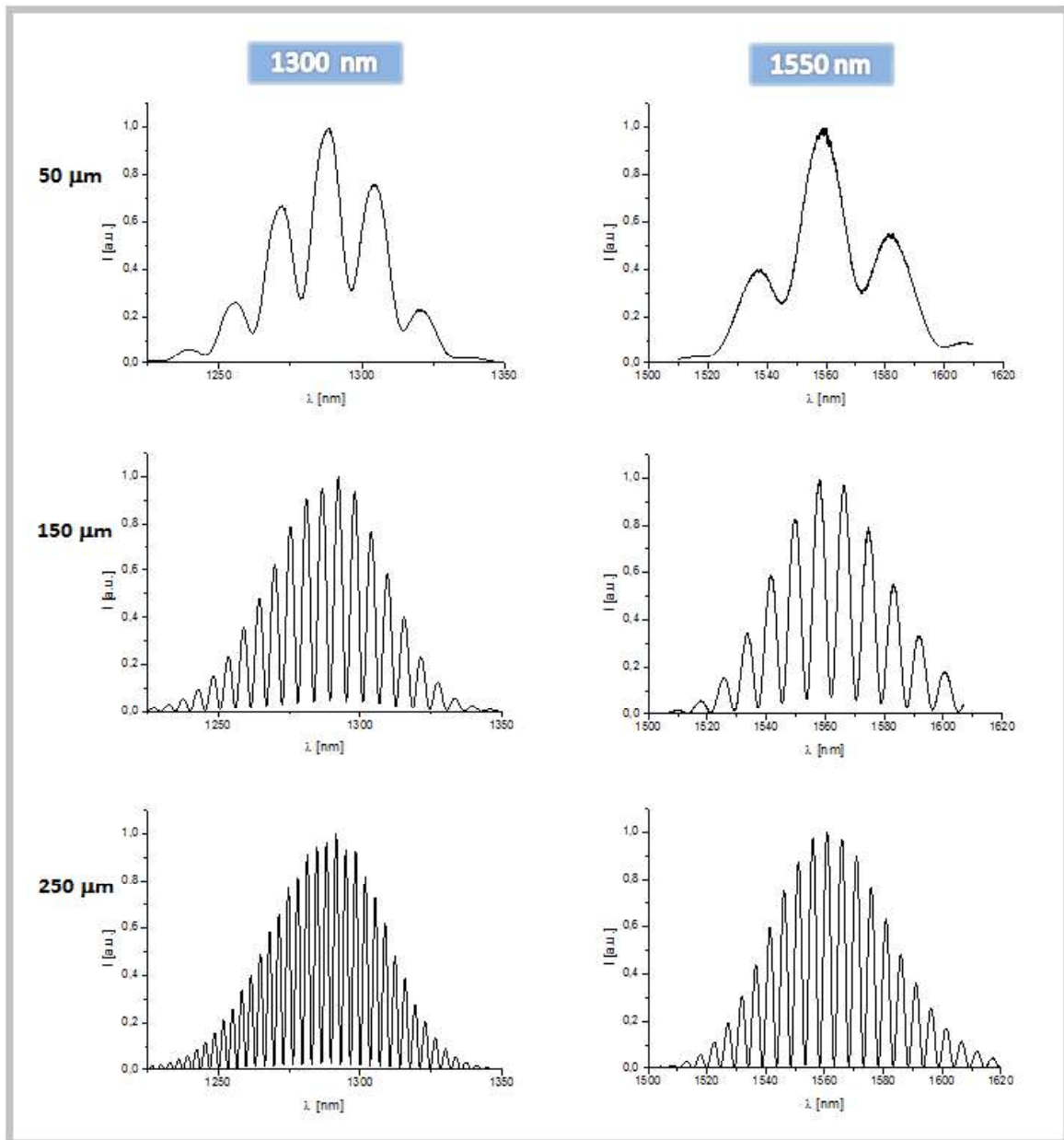


Figure 3. Representative spectra for displacement of 50 μm , 150 μm and 250 μm for fiber length 1 m. Measurements were performed using two broadband light sources: 1310 nm (left part of image) and 1550 nm (right part of image).

As it can be noted from fig. 3, any change in position of head of sensing interferometer causes a change in the spectrum of the measurement signal. With the increasing of displacement, spectral separation decreases.

In the next part of the experiment, 10 m fiber was fused to the arm of sensing interferometer and measurements were repeated under the same conditions. Fig. 4 presents comparison of spectra for displacement of 300 μm and 450 μm for fiber length 1 and 10 m.

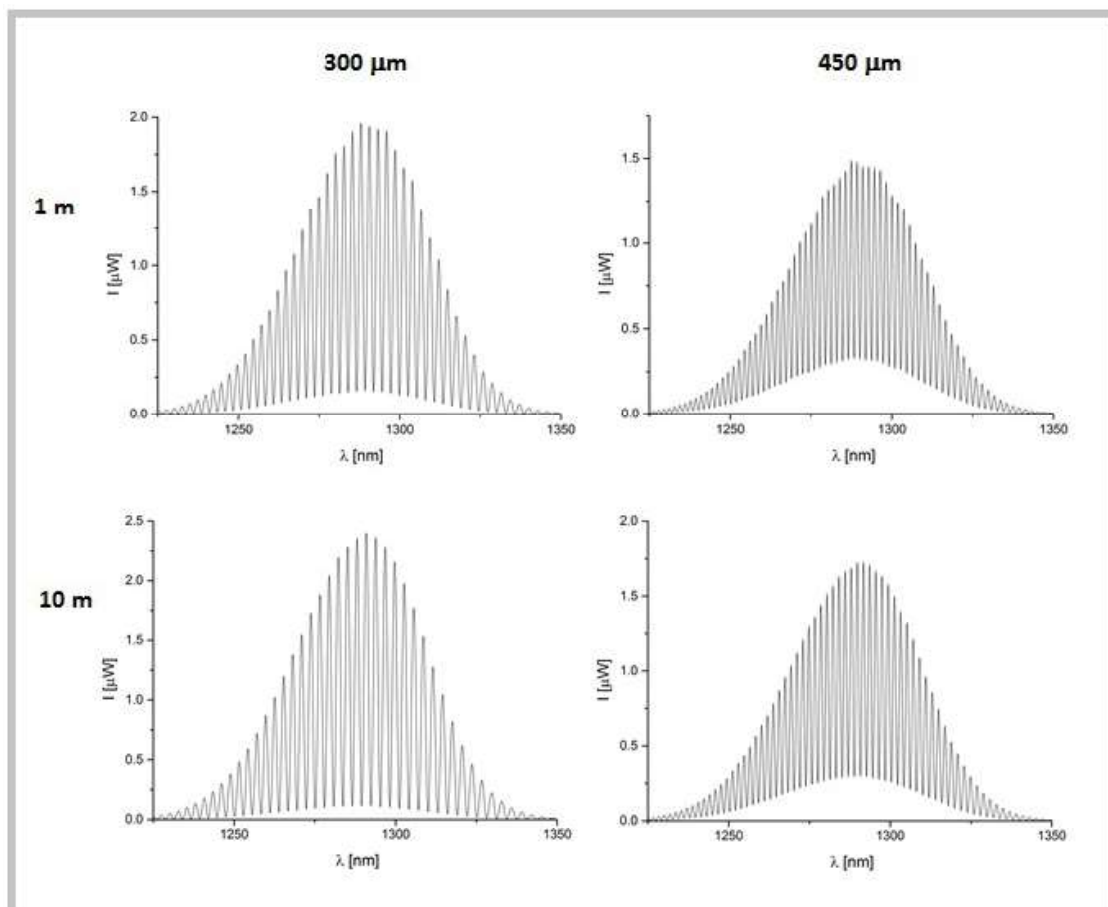


Figure 4. Representative spectra for displacement of 300 μm and 450 μm for fiber length 1 and 10 m. Measurements were performed using 1310 nm broadband light sources.

Fig. 4 shows that changes in fiber length does not influence on measurement results. Spectral separation is similar for both of optical path length.

4. CONCLUSION

The analysis of obtained results shows that increasing the length of fiber connecting the sensing Fabry-Pérot interferometer does not affect the operation of the displacement sensor. Sensor can be successfully used for remote measurement of the displacement over long distances, also under conditions of high attenuation of the signal. Presented sensor is characterized by high measurement sensitivity and resolution. Future work is to develop a sensor capable of measuring at a distance of several kilometers.

ACKNOWLEDGEMENTS

This study was partially supported by the National Science Centre under the grant No. 2011/03/D/ST7/03540, as well as DS Programs of the Department of Metrology and Optoelectronics, Faculty of Electronics, Telecommunications and Informatics of the Gdańsk University of Technology.

REFERENCES

- [1] Islam, R., Ali, M.M., Lai, M., Lim, K. and Ahmad H., "Chronology of Fabry-Perot Interferometer Fiber-Optic Sensors and Their Applications: A Review," *Sensors* 14(4), 7451-7488 (2014).
- [2] Rao, Y., Deng, M., Duan, D., Zhu, T., "In-line fiber Fabry-Perot refractive-index tip sensor based on endlessly photonic crystal fiber," *Sens. Actuator A-Phys.* 148(1), 33-38 (2008).
- [3] Cai, P., Zhen, D., Xu, X., Liua, Y., Chenb, N., Weia, G., Suia, C., "A novel fiber-optic temperature sensors based on high temperature-dependent optical properties of ZnO film on sapphire fiber-ending," *Mater. Sci. Eng. B* 171, 116–119 (2010).
- [4] Jędrzejewska-Szczerska, M., Karpienko, K., Wróbel, M. S. and Tuchin, V. V., [Biosensors for Security and Bioterrorism Applications], Springer International Publishing, Switzerland, 413-430 (2016).
- [5] Grattan, K.T.V., Meggitt, B.T., [Optical Fiber Sensor Technology], Kluwer Academic Publisher, Boston, MA (2000).
- [6] Milewska, D., Karpienko, K., and Jędrzejewska-Szczerska, M., "Application of thin diamond films in low-coherence fiber-optic Fabry Pérot displacement sensor," *Diamond and Related Materials* 64, 169–176 (2016).
- [7] Bogdanowicz, R., Sobaszek, R., Ryl, J., Gnyba, M., Ficek, M., Gołuński, Ł., Bock, W.J., Śmietana, M. and Darowicki, K., "Improved surface coverage of an optical fibre with nanocrystalline diamond by the application of dip-coating seeding," *Diamond and Related Materials* 55, 52-63 (2015).
- [8] Ficek, M., Bogdanowicz, R. and Ryl, J., "Nanocrystalline CVD Diamond Coatings on Fused Silica Optical Fibres: Optical Properties Study," *Acta Phys. Pol. Ser. A* 127 (2015).
- [9] Wierzbna, P., Jędrzejewska-Szczerska, M., "Optimization of a Fabry-Perot Sensing Interferometer Design for an Optical Fiber Sensor of Hematocrit Level," *Acta Phys. Pol. A* 124, 586–588 (2013).
- [10] Karpienko, K., Gnyba, M., Milewska, D., Wróbel, M. S. and Jędrzejewska-Szczerska, M., "Blood equivalent phantom vs whole human blood, a comparative study," *Journal of Innovative Optical Health Sciences* 1650012 (2015).
- [11] Born, M, Wolf, E., [Principles of optics], 7th ed., Cambridge University Press, Cambridge (2003).



G. Fiber-optic Fabry-Pérot sensors – modeling versus measurements results

Samodzielny wkład autora rozprawy w powstanie tej publikacji polegał na udziale w:

1. Zaprojektowaniu eksperymentów;
2. Przeprowadzeniu eksperymentów, których wyniki wykorzystano w publikacji;
3. Napisaniu części manuskryptu.



Fiber-optic Fabry-Pérot sensors – modeling versus measurements results

Jerzy Pluciński*, Katarzyna Karpienko

Gdańsk University of Technology, Faculty of Electronics, Telecommunications and Informatics,
Department of Metrology and Optoelectronics, Gabriela Narutowicza Street 11/12, 80-233 Gdańsk,
Poland

ABSTRACT

This paper describes how parameters of investigated substances and the fiber-optic Fabry-Pérot sensing interferometer affect the spectrum of the optical radiation at the output of the sensor. First, the modeling of the operation of the sensing interferometer was conducted. Most important parameters and effects that were taken into account are: dependences of the refractive indices of the core and the cladding, as well the mode field diameter of a single mode fiber on the wavelength, changes in the parameters of an optical beam inside the interferometer caused by refractive index and the absorption of the medium inside the cavity, including the intensity of the beam, the beam diameter, the beam divergence, the curvature of the wavefront, and the phase shift caused by the Gouy effect. Impact of these parameters and effects on the spectrum of the optical radiation at the output of the sensor was subsequently investigated. Following, spectra from selected Fabry-Pérot optical sensors, applied to measurement of refractive index, were presented. Measurement results were compared with the spectra obtained by modeling.

Keywords: Fabry-Pérot interferometer, fiber optic sensors, modeling

1. INTRODUCTION

Fiber-optic Fabry-Pérot sensors represent an important class of sensors for measuring several physical quantities. The Fabry-Pérot cavities used in fiber-optic sensors are very small – the typical width is much less than one millimeter (equal to the diameter of the optical fiber used in the sensor) and typical length range is from several hundred nanometers to several hundred micrometers. They are particularly promising if they are stimulated by broadband radiation and a spectrum analyzer is used as the detector. Since the detection in this sensor configuration is based on the measurement and location of spectral lines, measurement systems using these sensors can be highly resistant to disturbances of the optical path, e.g. accidental and inevitable changes in attenuation of fiber-optic path. Principle of operation of these sensors is based on interference of optical radiation occurring inside the cavity forming a Fabry-Pérot interferometer. As a result of the interference, changes of spectrum of an optical signal reflected or transmitted by the cavity can be observed. The nature of these changes depends on geometric and optical parameters of the cavity; by changing these parameters due to the impact of external factors, it is possible to measure several physical parameters. For example, pressure or temperature can change the dimensions of the cavity or change the refractive index of the substance inside the cavity. Also, it is possible to measure the concentration of various substances on the basis of the measurement of refractive index, dispersion, or even changes in attenuation or scattering. These phenomena change the spectrum of the reflected optical radiation, in particular the position of the maxima and minima of the spectrum and their relation.

In order to measure the parameters of optical medium inside the Fabry-Pérot interferometer on the basis of spectra of the optical signal from the sensor, it is necessary to know how the spectrum depends on all relevant parameters of the interferometer and the medium¹⁻³. Neglecting some dependencies can lead to significant errors in the measurement.

2. MODELING

In bulk optics, all wave components that are reflected inside Fabry-Pérot cavity and next leave the cavity can be detected at the output of the interferometer. However, in fiber-optic realization of Fabry-Pérot interferometer, phenomena occurring in the cavity are more complex. Figure 1 shows the way in which light propagates from the fiber, through the cavity, and then back to the optical fiber.

11th Conference on Integrated Optics: Sensors, Sensing Structures, and Methods, edited by Przemysław Struk,
Tadeusz Pustelny, Proceedings of SPIE Vol. 10034, 100340H · © 2016 SPIE ·
CCC code: 0277-786X/16/\$18 · doi: 10.1117/12.2244578

Proc. of SPIE Vol. 10034 100340H-1

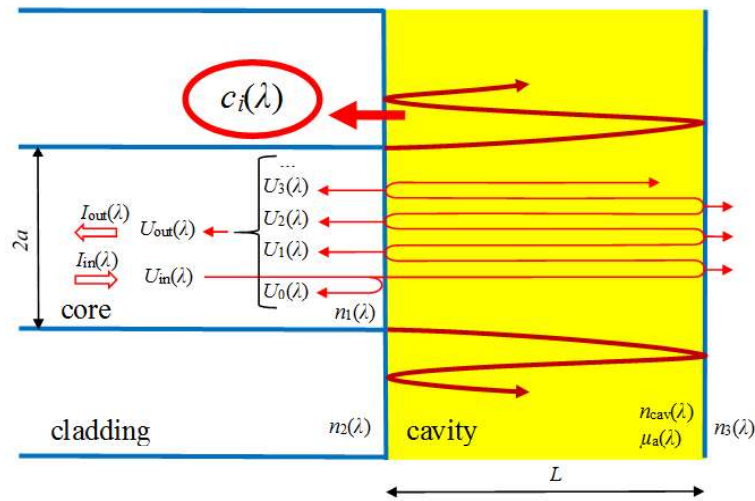


Figure 1. Wave propagating along the cavity in fiber-optic Fabry-Pérot interferometer.

As it can be noted from fig. 1, in the case of fiber-optic realization of Fabry-Pérot interferometer, part of the reflected wave from the cavity is transmitted to the fiber core and may be detected at the output of the sensor, while another part is transmitted to the cladding and therefore cannot be detected. Consequently when modeling the propagation of the light beam in the cavity, additional phenomena should be considered. These are phenomena such as: the diffraction of the beams in the cavity, the coupling between the wave in the cavity and in the optical fiber, the extra phase shift (e.g. as the result of the Gouy effect), and the curvature of the wavefront. Signal entering the cavity can be described by its complex amplitude $U_{in}(\lambda)$ as:

$$U_{in}(\lambda) = \sqrt{I_{in}(\lambda)}, \quad (1)$$

where $I_{in}(\lambda)$ is the intensity of the signal entering the cavity and λ is the wavelength in vacuum.

The complex amplitude of the output signal $U_{out}(\lambda)$ from the fiber-optic Fabry-Pérot interferometer can be expressed as the sum of an infinite number of complex amplitudes of the signals that are reflected from or transmitted through the interface between the optical fiber and the cavity (see fig. 1):

$$U_{out}(\lambda) = \sum_{i=0}^{\infty} U_i(\lambda), \quad (2)$$

where

$$U_0(\lambda) = r_{12}(\lambda) U_{in}(\lambda) \quad (3)$$

and

$$U_i(\lambda) = \left(r_{23}(\lambda) r_{21}(\lambda) t_{cav}(\lambda) \exp\left(-j \frac{4\pi L n_{cav}(\lambda)}{\lambda}\right) \right)^i \frac{t_{12}(\lambda) t_{21}(\lambda)}{r_{21}(\lambda)} c_i(\lambda) U_{in}(\lambda), \quad i = 1, 2, 3, \dots \quad (4)$$

and where $r_{12}(\lambda)$, $r_{21}(\lambda)$, and $r_{23}(\lambda)$ are the amplitude reflection coefficients at the interface between the optical fiber and the cavity, between the cavity and the optical fiber, and between the cavity and the other surface that forming the cavity, respectively, $t_{12}(\lambda)$ and $t_{21}(\lambda)$ are the amplitude transition coefficients at the interface between the optical fiber and the cavity and between the cavity and the optical fiber, respectively, $t_{cav}(\lambda)$ is the square root of the power transmission in the cavity at the distance of $2L$, L is the length of the cavity, $n_{cav}(\lambda)$ is the refractive index of the medium that fills the cavity, and $c_i(\lambda)$ are the coupling coefficients of the waves from the cavity that are transmitted through the interface between the cavity and the optical fiber to the optical fiber core.

Having the complex amplitude $U_{\text{out}}(\lambda)$, we can estimate the intensity of the output signal $I_{\text{out}}(\lambda)$ from the fiber-optic Fabry-Pérot interferometer as:

$$I_{\text{out}}(\lambda) = |U_{\text{out}}(\lambda)|^2. \quad (5)$$

It should be emphasized that the field coupling coefficients $c_i(\lambda)$ depend on i because the optical beam inside the cavity increase its diameter as the result of the diffraction phenomenon. The key problem of mathematical modelling of fiber-optic Fabry-Pérot sensors is to find these coupling coefficients. To estimate these coefficients, we should know the electromagnetic field distribution in the optical fiber $U_{\text{fiber}}(x, y, \lambda)$ and the electromagnetic field distribution of the optical beam in the cavity $U_{\text{cavity}}(x, y, \lambda)$ at the interface between the optical fiber and the cavity. If $U_{\text{fiber}}(x, y, \lambda)$ and $U_{\text{cavity}}(x, y, \lambda)$ are known, then the coupling coefficient can be found from⁴:

$$c_i(\lambda) = \frac{\iint U_{\text{cavity}}(x, y, \lambda) U_{\text{fiber}}^*(x, y, \lambda) dx dy}{\sqrt{\iint U_{\text{cavity}}(x, y, \lambda) U_{\text{cavity}}^*(x, y, \lambda) dx dy} \sqrt{\iint U_{\text{fiber}}(x, y, \lambda) U_{\text{fiber}}^*(x, y, \lambda) dx dy}} \exp^{-j \frac{4\pi L n_{\text{cav}}(\lambda)}{\lambda}}. \quad (6)$$

The electromagnetic field distribution in the optical fiber $U_{\text{fiber}}(x, y, \lambda)$ for single-mode optical fiber is given by Bessel functions⁵⁻⁷:

$$U_{\text{fiber}}(x, y, \lambda) \sim J_0(k_T(\lambda)\rho) \text{ for } \rho \leq a \text{ (in core)}, \quad (7)$$

$$U_{\text{fiber}}(x, y, \lambda) \sim K_0(\gamma(\lambda)\rho) \text{ for } \rho \geq a \text{ (in cladding)}, \quad (8)$$

where: $J_0(x)$ is the Bessel function of the first kind and order 0, and $K_0(x)$ is the modified Bessel function of the second kind and order 0, a is the core radius of the optical fiber,

$$\rho = \sqrt{x^2 + y^2} \quad (9)$$

is the radial position,

$$k_T(\lambda) = \sqrt{n_1^2(\lambda) \frac{2\pi}{\lambda} - \beta^2(\lambda)}, \quad (10)$$

and

$$\gamma(\lambda) = \sqrt{\beta^2(\lambda) - n_2^2(\lambda) \frac{2\pi}{\lambda}}, \quad (11)$$

where

$$\beta^2(\lambda) \cong n_1^2(\lambda) \frac{2\pi}{\lambda} - \frac{\ln V^2(\lambda) + 1}{a^2}. \quad (12)$$

$\beta(\lambda)$ in formulae (10)-(12) is the propagation constant of optical radiation in the optical fiber,

$$V(\lambda) = \frac{2\pi a}{\lambda} NA(\lambda) \quad (13)$$

is the normalized frequency (also called the V number) and

$$NA(\lambda) = \sqrt{n_1^2(\lambda) - n_2^2(\lambda)} \quad (14)$$

is the numerical aperture of the optical fiber.

The electromagnetic field distribution in the cavity at point P , $U_{\text{cavity}}(P)$, can be find from Kirchhoff's diffraction formula⁸:

$$U_{\text{cavity}_i}(P) = -\frac{1}{4\pi} \iint_s \left[U_{\text{fiber}}(x, y) \frac{\partial}{\partial n} \left(\frac{e^{jks}}{s} \right) - \frac{e^{jks}}{s} \frac{\partial}{\partial n} U_{\text{fiber}}(x, y) \right] dx dy, \quad (15)$$

where s is the distance between the point P and the point having (x, y) coordinates at the interface between the optical fiber and the cavity.

The problem is that calculation of the coupling coefficient needs huge amount of computer computations and it is necessary to calculate the coupling coefficient for many wavelength. An easier method to estimate $U_{\text{fiber}}(x, y, \lambda)$ and $U_{\text{cavity}}(x, y)$ needed to find the coupling coefficient is to approximate the field distribution at the end of fiber $U_{\text{fiber}}(x, y, \lambda)$ by the Gaussian distribution and the field distribution in the cavity $U_{\text{cavity}}(x, y, \lambda)$ by a Gaussian beam. Approximation of the field distribution at the end of the fiber $U_{\text{fiber}}(x, y, \lambda)$ by the Gaussian distribution yields to:

$$U_{\text{fiber}}(x, y, \lambda) = B_0(\lambda) \exp\left[-\frac{\rho^2}{w_0^2(\lambda)}\right], \quad (16)$$

where

$$B_0(\lambda) = \frac{2I_m(\lambda)}{\pi w_0^2(\lambda)}, \quad (17)$$

and where $w_0(\lambda)$ is the fundamental-mode size of the optical fiber.

The fundamental-mode size width $w_0(\lambda)$ of a step-index optical fiber for normalized frequency $0.8 < V(\lambda) < 2.5$ can be approximated as⁹:

$$w_0(\lambda) = a \left(0.65 + \frac{1.619}{V^{3/2}(\lambda)} + \frac{2.879}{V^6(\lambda)} \right), \quad (18)$$

The field distribution in the cavity (Gaussian beam) can be expressed as⁷:

$$U_{\text{cavity}}(\rho, \lambda) = A_{0i}(\lambda) \frac{w_0(\lambda)}{w_i(z, \lambda)} \exp\left[-\frac{\rho^2}{w_i^2(z, \lambda)}\right] \exp\left[-jk(\lambda)z - jk(\lambda)\frac{\rho^2}{2R_i(z, \lambda)} + j\zeta_i(z, \lambda)\right], \quad (19)$$

where:

$$w_i(z, \lambda) = w_0(\lambda) \sqrt{1 + \left(\frac{z}{z_0(\lambda)}\right)^2} \quad (20)$$

is the radius of the Gaussian beam,

$$R_i(z, \lambda) = z \left[1 + \left(\frac{z_0(\lambda)}{z}\right)^2 \right] \quad (21)$$

is the radius of wavefront curvature,

$$\zeta_i(z, \lambda) = \arctan\left(\frac{z}{z_0(\lambda)}\right) \quad (22)$$

is the phase retardation that is responsible for the Gouy effect,

$$z_0(\lambda) = \frac{\pi w_0^2(\lambda) n_{\text{cav}}(\lambda)}{\lambda} \quad (23)$$

is the Rayleigh range,

$$k(\lambda) = \frac{2m_{\text{cav}}(\lambda)}{\lambda} \quad (24)$$

is the wave number in the cavity, and

$$z = 2iL, \quad (25)$$

where L is the cavity length.

From substituting (16) and (19) into (6), we finally obtain

$$c_i(\lambda) = \frac{1}{1 - j2iL\lambda / (2m_{\text{cav}}(\lambda)w_0^2(\lambda))}. \quad (26)$$

Modeling of the field distribution in the cavity of fiber-optic Fabry-Pérot interferometer was conducted with the use of expression (4). Then, the spectra obtained from simulations were compared to the spectra registered during measurements. Measurements were performed with the use of fiber-optic Fabry-Pérot interferometer well described in literature¹⁰. This setup consists of a broadband low-coherence light source (central wavelength equal 1300 nm), an optical spectrum analyzer (type AQ6319 by Ando), and a 2x1 fiber coupler which acts as both a medium connecting devices and as a part of interferometer. Fiber type was SMF-28 with core diameter 8.14 μm. Refractive index difference between core and coat is 0.36%^{11, 12}. Second surface forming the Fabry-Pérot cavity is metallic with an amplitude reflection coefficient is -0.42426 ($r_{23}^2=0.18$ – measured value).

3. RESULTS AND DISCUSSION

In order to verify whether conducted modeling of the operation of the sensing interferometer coincides with operation of actual implementation of the interferometer, the spectra obtained from simulations were compared to the spectra registered during measurements. The example result of this comparison is shown in fig. 2. Both simulation and measurement were performed for an empty Fabry-Pérot cavity of a width 200 μm.

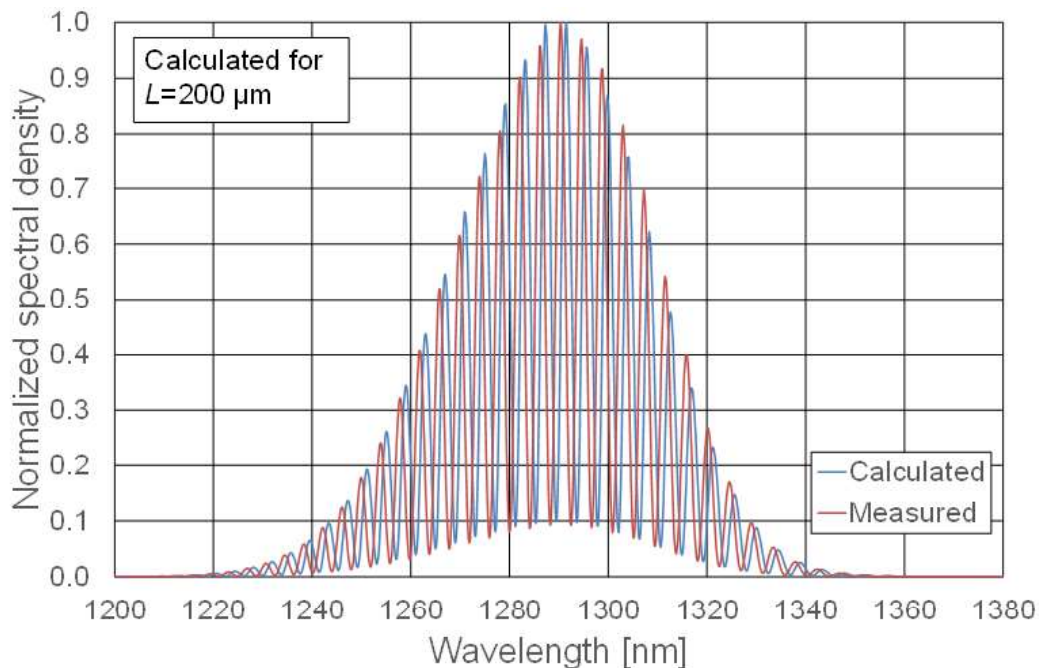


Figure 2. Measured and calculated spectral densities at the output of the fiber-optic Fabry-Pérot sensor with empty cavity. The width of cavity was adjusted at 200 μm.

As can be seen in fig. 2, the measured and calculated spectra do not completely match. This is due to the fact that it was not possible to specify the cavity width in measurement setup as accurately as in the simulation. During the simulation the width of Fabry-Pérot cavity was set to 200 μm with resolution 0.01 μm , while during measurements, the width of cavity was adjusted by using a micrometer screw with resolution 10 μm . Therefore, further simulations were carried out, where the width of cavity was slightly changed in each calculation. The width of cavity for which spectra are perfectly overlapping was found. The measured and calculated spectra are shown in fig. 3.

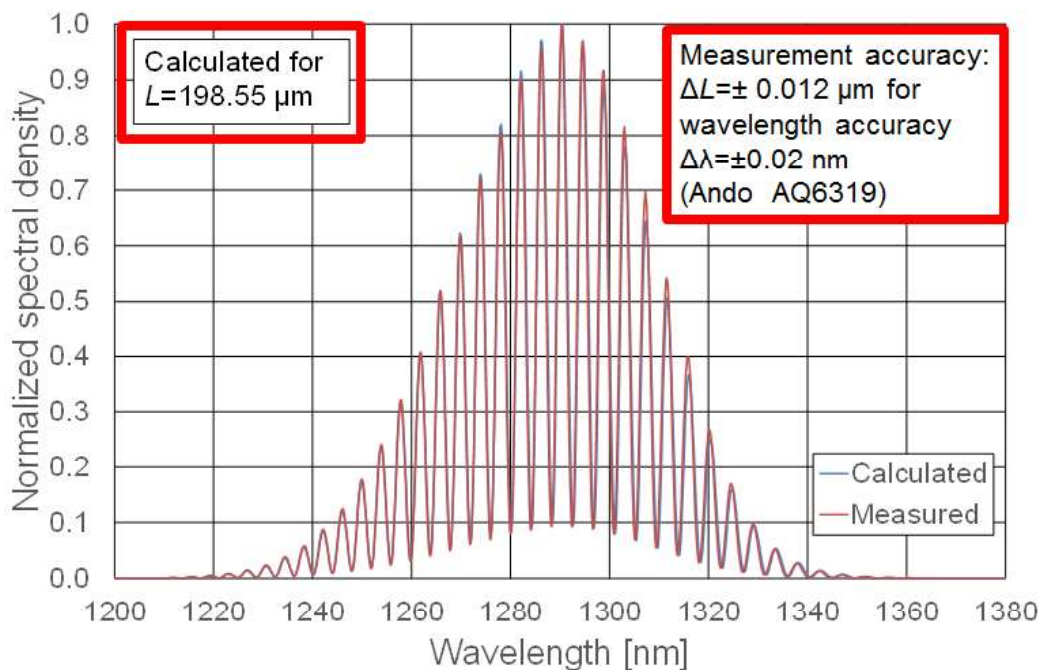


Figure 3. Measured and calculated spectral densities at the output of the fiber-optic Fabry-Pérot sensor with empty cavity.

Fig. 3 clearly shows that a very accurate matching of the measured and calculated spectra was achieved for the Fabry-Pérot cavity width equal to 198.55 μm . Taking into account the wavelength accuracy of measurement ($\Delta\lambda=\pm 0.02$ nm), the accuracy of the width of the cavity by the optics method equal to $\Delta L=\pm 0.012$ μm , which is a lot better than the use of micromechanics.

4. CONCLUSION

The comparison of the measurement results with the spectra obtained by modeling proves the correctness of the assumptions. The presented method of modeling of fiber-optic Fabry-Pérot sensors is characterized by a high simplicity of calculation. The described method of modeling can be very useful in determining the length of Fabry-Pérot cavities with much better than 100 nm accuracy or parameters of a test substance on the basis of the received spectra from the fiber-optic Fabry-Pérot sensors.

ACKNOWLEDGEMENTS

This study was partially supported by the National Science Centre, Poland under the grant No. 2011/03/D/ST7/03540, as well as DS Programs of the Faculty of Electronics, Telecommunications and Informatics of the Gdańsk University of Technology.

REFERENCES

- [1] Milewska, D., Karpienko, K., and Jędrzejewska-Szczerska, M., "Application of thin diamond films in low-coherence fiber-optic Fabry Pérot displacement sensor," *Diamond and Related Materials* 64, 169–176 (2016).

- [2] Jędrzejewska-Szczerska, M., Karpieńko, K., Wróbel, M. S. and Tuchin, V. V., [Biosensors for Security and Bioterrorism Applications], Springer International Publishing, Switzerland, 413-430 (2016).
- [3] Karpieńko, K., Gnyba, M., Milewska, D., Wróbel, M. S. and Jędrzejewska-Szczerska, M., "Blood equivalent phantom vs whole human blood, a comparative study," *Journal of Innovative Optical Health Sciences* 1650012 (2015).
- [4] Goldsmith, P. F., [Quasioptical Systems – Gaussian Beam Quasioptical Propagation and Applications], IEEE Press, New York (1998).
- [5] Marcuse, D., [Theory of Dielectric Optical Waveguides], 2nd ed., Academic Press, Inc., San Diego (1991).
- [6] Snyder, A. W. and Love, J. D., [Optical Waveguide Theory], Chapman and Hall, London (1983).
- [7] Saleh, B. E. A., Teich, M. C., [Fundamentals of Photonics], 2nd Ed, A John Wiley & Sons, Inc., Publication, Hoboken, New Jersey (2007).
- [8] Born, M, Wolf, E., [Principles of optics], 7th ed., Cambridge University Press, Cambridge (2003).
- [9] Marcuse, D., "Loss analysis of single-mode fiber splices," *Bell. Syst. Tech. J.* 56, 703–718 (1977).
- [10] Wierzba, P., Jędrzejewska-Szczerska, M., "Optimization of a Fabry-Perot Sensing Interferometer Design for an Optical Fiber Sensor of Hematocrit Level," *Acta Phys. Pol. A* 124, 586–588 (2013).
- [11] Optical constants of Fused silica (fused quartz), http://refractiveindex.info/?shelf=glass&book=fused_silica&page=Malitson (15 December 2015).
- [12] Optiwave Systems Inc, Step Index Fiber - Fiber Parameters of SMF-28, <http://optiwave.com/optibpm-manuals/bpm-step-index-fiber-fiber-parameters-of-smf-28/> (15 December 2015).



Oświadczenia współautorów



dr hab. inż. Małgorzata Jędrzejewska-Szczerska,
prof. nadzw. PG
Wydział Elektroniki, Telekomunikacji
i Informatyki
Politechnika Gdańska
ul. Narutowicza 11/12
80-233 Gdańsk

Gdańsk, 10.05.2018 r.

Oświadczenie

Oświadczam, że w następujących pracach:

1. **K. Karpienko**, M. S. Wróbel, M. Jędrzejewska-Szczerska, "Determination of refractive index dispersion using fiber-optic low-coherence Fabry-Perot interferometer: implementation and validation", *Optical Engineering*, vol. 53(7) (2014),
2. M. Jędrzejewska-Szczerska, P. Wierzba, A. Abou Chaaya, M. Bechelany, P. Miele, R. Viter, A. Mazikowski, **K. Karpienko**, M. Wróbel, "ALD thin ZnO layer as an active medium in a fiber-optic Fabry-Perot interferometer", *Sensors & Actuators: A. Physical*, vol. 221, pp. 88-94 (2015),
3. M. Gnyba, M. S. Wróbel, **K. Karpienko**, D. Milewska, M. Jędrzejewska-Szczerska, „Combined analysis of whole human blood parameters by Raman spectroscopy and spectral-domain low-coherence interferometry” in *Clinical and Biomedical Spectroscopy and Imaging IV*, *Proc. SPIE*, vol. 9537, pp. 95371N (2015),
4. **K. Karpienko**, M. Gnyba, D. Milewska, M. S. Wróbel, M. Jędrzejewska-Szczerska, „Blood equivalent phantom vs. whole human blood, a comparative study”, *Journal of Innovative Optical Health Sciences*, vol. 09, pp. 1650012 (2015),
5. D. Milewska, **K. Karpienko**, M. Jędrzejewska-Szczerska, "Application of thin diamond films in low-coherence fiber-optic Fabry Pérot displacement sensor", *Diamond & Related Materials* vol. 64, pp. 169-176(2016)

mój wkład polegał na udziale w: (a) opracowaniu idei i zaprojektowaniu eksperymentów [2–5]; (b) przeglądzie literatury [2–5]; (c) opracowaniu konstrukcji czujników interferometrycznych [2–5]; (d) opracowaniu stanowiska pomiarowego [2–5]; (e) przetwarzaniu danych i interpretacji wyników pomiarów [3, 4]; (f) napisaniu części manuskryptu [1–5].


Podpis składającego oświadczenie



mgr inż. Maciej Stefan Wróbel
Wydział Elektroniki, Telekomunikacji
i Informatyki
Politechnika Gdańska
ul. Narutowicza 11/12
80-233 Gdańsk


Gdańsk, 16.05.2018 r.

Oświadczenie

Oświadczam, że w następujących pracach:

1. **K. Karpienko**, M. S. Wróbel, M. Jędrzejewska-Szczerska, "Determination of refractive index dispersion using fiber-optic low-coherence Fabry–Perot interferometer: implementation and validation", *Optical Engineering*, vol. 53(7) (2014),
2. M. Jędrzejewska-Szczerska, P. Wierzba, A. Abou Chaaya, M. Bechelany, P. Miele, R. Viter, A. Mazikowski, **K. Karpienko**, M. Wróbel, "ALD thin ZnO layer as an active medium in a fiber-optic Fabry-Perot interferometer", *Sensors & Actuators: A. Physical*, vol. 221, pp. 88-94 (2015),
3. M. Gnyba, M. S. Wróbel, **K. Karpienko**, D. Milewska, M. Jędrzejewska-Szczerska, „Combined analysis of whole human blood parameters by Raman spectroscopy and spectral-domain low-coherence interferometry” in *Clinical and Biomedical Spectroscopy and Imaging IV*, Proc. SPIE, vol. 9537, pp. 95371N (2015),
4. **K. Karpienko**, M. Gnyba, D. Milewska, M. S. Wróbel, M. Jędrzejewska-Szczerska, „Blood equivalent phantom vs. whole human blood, a comparative study”, *Journal of Innovative Optical Health Sciences*, vol. 09, pp. 1650012 (2015)

mój wkład polegał na udziale w: (a) przeprowadzeniu eksperymentów [1, 3, 4]; (b) przeglądzie literatury [3, 4]; (c) opracowaniu stanowiska do pomiarów przeprowadzanych przy użyciu spektroskopii Ramana i spektroskopii absorpcyjnej [3, 4]; (d) przetwarzaniu danych i interpretacji wyników pomiarów spektroskopowych [3, 4]; (e) napisaniu części manuskryptu [1–4].


.....
Podpis składającego oświadczenie



dr inż. Marcin Gnyba
Wydział Elektroniki, Telekomunikacji
i Informatyki
Politechnika Gdańska
ul. Narutowicza 11/12
80-233 Gdańsk

Gdańsk, 16.05.2018 r.

Oświadczenie

Oświadczam, że w następujących pracach:

1. M. Gnyba, M. S. Wróbel, **K. Karpienko**, D. Milewska, M. Jędrzejewska-Szczerska, „Combined analysis of whole human blood parameters by Raman spectroscopy and spectral-domain low-coherence interferometry” in Clinical and Biomedical Spectroscopy and Imaging IV, Proc. SPIE, vol. 9537, pp. 95371N (2015),
2. **K. Karpienko**, M. Gnyba, D. Milewska, M. S. Wróbel, M. Jędrzejewska-Szczerska, „Blood equivalent phantom vs. whole human blood, a comparative study”, Journal of Innovative Optical Health Sciences, vol. 09, pp. 1650012 (2015)

mój wkład polegał na udziale w: (a) opracowaniu idei i zaprojektowaniu eksperymentów z wykorzystaniem spektroskopii Ramana [1, 2]; (b) opracowaniu stanowiska do pomiarów metodą spektroskopii Ramana i przeprowadzeniu pomiarów [1, 2]; (c) przetwarzaniu danych i interpretacji wyników pomiarów spektroskopowych [2]; (d) napisaniu części manuskryptu [1, 2].


.....
Podpis składającego oświadczenie



mgr inż. Daria Majchrowicz
Wydział Elektroniki, Telekomunikacji
i Informatyki
Politechnika Gdańska
ul. Narutowicza 11/12
80-233 Gdańsk

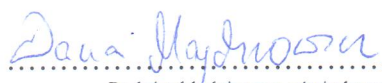
Gdańsk, 16.05.2018 r.

Oświadczenie

Oświadczam, że w następujących pracach:

1. M. Gnyba, M. S. Wróbel, **K. Karpienko**, D. Milewska, M. Jędrzejewska-Szczerska, „Combined analysis of whole human blood parameters by Raman spectroscopy and spectral-domain low-coherence interferometry” in Clinical and Biomedical Spectroscopy and Imaging IV, Proc. SPIE, vol. 9537, pp. 95371N (2015),
2. **K. Karpienko**, M. Gnyba, D. Milewska, M. S. Wróbel, M. Jędrzejewska-Szczerska, „Blood equivalent phantom vs. whole human blood, a comparative study”, Journal of Innovative Optical Health Sciences, vol. 09, pp. 1650012 (2015),
3. D. Milewska, **K. Karpienko**, M. Jędrzejewska-Szczerska, “Application of thin diamond films in low-coherence fiber-optic Fabry Pérot displacement sensor”, Diamond & Related Materials vol. 64, pp. 169-176(2016)

mój wkład polegał na udziale w: (a) opracowaniu idei i zaprojektowaniu eksperymentów [3]; (b) przeprowadzeniu eksperymentów [1]; (c) przeglądzie literatury [3]; (d) przetwarzaniu danych i interpretacji wyników pomiarów [3]; (e) napisaniu części manuskryptu [2–3].


.....
Podpis składającego oświadczenie



dr inż. Paweł Wierzba
Wydział Elektroniki, Telekomunikacji
i Informatyki
Politechnika Gdańska
ul. Narutowicza 11/12
80-233 Gdańsk

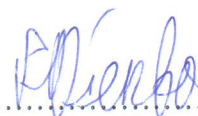
Gdańsk, 16.05.2018 r.

Oświadczenie

Oświadczam, że w następującej pracy:

1. M. Jędrzejewska-Szczerska, P. Wierzba, A. Abou Chaaya, M. Bechelany, P. Miele, R. Viter, A. Mazikowski, **K. Karpienko**, M. Wróbel, "ALD thin ZnO layer as an active medium in a fiber-optic Fabry-Perot interferometer", *Sensors & Actuators: A. Physical*, vol. 221, pp. 88-94 (2015)

mój wkład polegał na udziale w: (a) wyznaczeniu spektralnych charakterystyk transmisji i odbicia w modelu interferometru dla różnych parametrów warstwy ALD; (b) ocenie możliwości zastosowania tych warstw w interferometrach czujnikowych; (c) przetwarzaniu danych pomiarowych.



.....
Podpis składającego oświadczenie



dr inż. Adam Mazikowki
Wydział Elektroniki, Telekomunikacji
i Informatyki
Politechnika Gdańska
ul. Narutowicza 11/12
80-233 Gdańsk

Gdańsk, 16.05.2018 r.

Oświadczenie

Oświadczam, że w następującej pracy:

1. M. Jedrzejewska-Szczerska, P. Wierzba, A. Abou Chaaya, M. Bechelany, P. Miele, R. Viter, A. Mazikowski, **K. Karpienko**, M. Wróbel, "ALD thin ZnO layer as an active medium in a fiber-optic Fabry-Perot interferometer", Sensors & Actuators: A. Physical, vol. 221, pp. 88-94 (2015)

mój wkład polegał na udziale w: (a) przeprowadzeniu eksperymentów; (b) opracowaniu stanowiska do pomiaru temperatury.



.....
Podpis składającego oświadczenie



mgr inż. Marcin Marzejon
Wydział Elektroniki, Telekomunikacji
i Informatyki
Politechnika Gdańska
ul. Narutowicza 11/12
80-233 Gdańsk


Gdańsk, 10.05.2018 r.

Oświadczenie

Oświadczam, że w następującej pracy:

1. K. Karpienko, M. Marzejon, J. Pluciński, "Fiber optic displacement sensor with signal analysis in spectral domain", Proc. SPIE, vol. 10034, pp. 100340K (2016)

mój wkład polegał na udziale w: (a) przeprowadzeniu pomiarów, (b) przetwarzaniu danych i interpretacji wyników pomiarów, (d) napisaniu części manuskryptu.


.....
Podpis składającego oświadczenie



dr hab. inż. Jerzy Pluciński, prof. nadzw. PG
Wydział Elektroniki, Telekomunikacji
i Informatyki
Politechnika Gdańska
ul. Narutowicza 11/12
80-233 Gdańsk

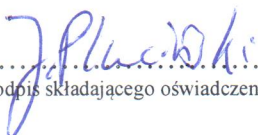
Gdańsk, 10.05.2018 r.

Oświadczenie

Oświadczam, że w następujących pracach:

1. **K. Karpienko**, M. Marzejon, J. Pluciński, "Fiber optic displacement sensor with signal analysis in spectral domain", Proc. SPIE, vol. 10034, pp. 100340K (2016),
2. J. Pluciński, **K. Karpienko**, "Fiber-optic Fabry-Pérot sensors – modeling versus measurements results", Proc. SPIE, vol. 10034, pp. 100340H (2016)

mój wkład polegał na udziale w: (a) modelowaniu wielowiązkowego interferometru Fabry'ego-Pérot [2]; (b) przeglądzie literatury [2]; (c) przetwarzaniu danych i interpretacji wyników pomiarów [2]; (d) napisaniu części manuskryptu [1, 2].


.....
Podpis składającego oświadczenie

