

基于聚酰亚胺涂覆的FBG盐度传感器

邹帅¹, 张建新¹, 张轶恒²

¹浙江理工大学机械工程学院, 浙江 杭州

²浙江理工大学信息科学与工程学院, 浙江 杭州

收稿日期: 2023年9月4日; 录用日期: 2023年11月2日; 发布日期: 2023年11月9日

摘要

为检测海水盐度变化, 针对目前测量仪器存在灵敏度低、易受电磁干扰、难以远距离监测等问题, 提出了一种基于聚酰亚胺(PI)涂覆光纤布拉格光栅(Fiber Bragg Grating, FBG)的盐度传感器。该传感器由两个FBG (FBG1和FBG2)级联构成。其中, 通过化学蚀刻减小FBG1直径, 再涂覆一层片状PI薄膜制成盐度传感元件; FBG2为未处理的裸光栅, 用作温度补偿。传感器的温度和盐度传感实验结果表明: FBG1对温度和盐度都敏感, 其盐度和温度灵敏度分别为 $-54.6 \text{ pm}/\%$ 和 $32.2 \text{ pm}/^\circ\text{C}$; FBG2对盐度不敏感, 其温度灵敏度为 $10.1 \text{ pm}/^\circ\text{C}$ 。基于FBG1和FBG2的盐度和温度灵敏度, 构建传感矩阵, 解决了FBG1对温度和盐度交叉敏感问题。该传感器具有制作简单、灵敏度高与稳定性好等优点。

关键词

光纤布拉格光栅, 盐度传感器, 聚酰亚胺, 化学蚀刻, 片状PI薄膜

FBG Salinity Sensor Based on Polyimide Coating

Shuai Zou¹, Jianxin Zhang¹, Yiheng Zhang²

¹School of Mechanical Engineering, Zhejiang Sci-Tech University, Hangzhou Zhejiang

²School of Information Science and Engineering, Zhejiang Sci-Tech University, Hangzhou Zhejiang

Received: Sep. 4th, 2023; accepted: Nov. 2nd, 2023; published: Nov. 9th, 2023

Abstract

To address the issues of low sensitivity, susceptibility to electromagnetic interference, and difficulty in long-distance monitoring associated with current measurement instruments for detecting seawater salinity changes, a salinity sensor based on polyimide (PI) coated Fiber Bragg Grating

(FBG) has been proposed. The sensor consists of two FBGs (FBG1 and FBG2) cascaded together. Among them, reducing the diameter of FBG1 through chemical etching, and then coating a layer of sheet-like PI film to make a salinity sensing element; FBG2 is an unprocessed bare grating used for temperature compensation. The temperature and salinity sensing experimental results of the sensor indicate that FBG1 is sensitive to both temperature and salinity, with salinity and temperature sensitivities of $-54.6 \text{ pm}/\%$ and $32.2 \text{ pm}/^\circ\text{C}$, respectively; FBG2 is not sensitive to salinity, and its temperature sensitivity is $10.1 \text{ pm}/^\circ\text{C}$. Based on the salinity and temperature sensitivity of FBG1 and FBG2, a sensing matrix was constructed to solve the cross-sensitive problem of FBG1 to temperature and salinity. This sensor has the advantages of simple fabrication, high sensitivity, and good stability.

Keywords

Fiber Bragg Grating, Salinity Sensor, Polyimide, Chemical Etching, Lamellar PI Film

Copyright © 2023 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

海洋是全球大国发展和竞争的重要战略空间,建设海洋强国战略对于推动我国海洋资源经济、海洋科技工程以及近海军事防御的发展等都具有重要意义[1]。盐度是海水最重要的物理参量之一,也是影响海洋生物生存环境和人类海洋活动的主要因素,开发高灵敏度的海水盐度传感器已经成为研究的热点话题[2] [3]。

目前,用于海水盐度测量的仪器主要为电化学传感器,通过与溶液直接接触的电极来测量海水的电导率,从而确定盐度的高低。这类传感器的检测精度高、测量范围广,但存在电极的使用寿命短、易受电磁干扰、不能远距离监测以及被海水腐蚀的缺点。

近年来,光纤光栅传感技术的应用与发展,为海水盐度的高精度测量提供了一种新的解决方案[4]。与传统的传感技术相比,光纤光栅传感器具有诸多优势,如尺寸小、易组网、成本低、能远距离监测、耐腐蚀、抗电磁干扰等[5]。基于光纤光栅制作的传感器被广泛地应用于湿度、温度、盐度等物理参数的检测中[6] [7] [8]。目前国内外研究学者通过涂覆敏感膜、更改光纤光栅种类和改变光纤光栅结构等方法制作了多种光纤光栅盐度传感器。在研究文献中,学者们采用了不同的盐度灵敏度单位,为方便对比,本文将传感器的灵敏度都转换为 $\text{pm}/\%$ 。Cong 等提出了一种基于水凝胶涂覆 FBG 的盐度传感器,其盐度灵敏度约为 $-12.67 \text{ pm}/\%$,但水凝胶涂层的机械强度低、寿命短,实用性较差[9]。Men 等选用性能更好的聚酰亚胺作为涂层材料,制作了一种环状 PI 薄膜 FBG 盐度传感器,其灵敏度约为 $-2.99 \text{ pm}/\%$ [10]。王宇琦等提出了一种在拉丝塔光纤光栅(DTG)涂覆环状 PI 薄膜的分布式温盐传感器,可以同时测量海水的温度和盐度,其盐度灵敏度为 $-1.01 \text{ pm}/\%$ [11]。由于环状薄膜所含的敏感材料少,对光纤光栅施加的应力小,所以采用环状薄膜方式的盐度传感器存在灵敏度低的缺陷。

本文提出了一种新型镀膜 FBG 盐度传感器,通过以下三种方式提高传感器的灵敏度:(1)对光栅表面进行预处理,提高薄膜与光栅间的粘合强度;(2)通过化学蚀刻减小光纤光栅直径,增大薄膜对光纤光栅施加应力的作用效果,使光纤光栅的波长变化更明显;(3)将传统的环状镀膜改变为片状镀膜,片状薄膜所包含的敏感材料更多并且增大了薄膜与溶液间的接触面积,薄膜可以更大程度膨胀或收缩,使 FBG 产生更大的轴向应变。另外,通过级联 FBG 的方法解决了传感器对温度的交叉敏感问题。

2. 传感原理

FBG 是一种折射率周期性调制的光纤光栅, 当入射光进入光纤时, 会反射满足特定条件的光, 其他光透射出去。反射光的中心波长由光栅周期和纤芯的有效折射率决定:

$$\lambda_B = 2n_{eff}\Lambda \quad (1)$$

式中: λ_B 为反射光的中心波长, n_{eff} 为光纤的有效折射率, Λ 为 FBG 的周期。当 FBG 在应变或温度的作用下, 其有效折射率和周期会发生改变, 使得反射光中心波长变化, 可表示为:

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\lambda_B} = (1 - P_e)\varepsilon + (\alpha + \xi)\Delta T \quad (2)$$

式中: $\Delta\lambda_B$ 为反射光的中心波长变化量, P_e 为光纤的弹光系数, ε 为 FBG 的应变, α 为光纤的热膨胀系数, ξ 为光纤的热光系数, ΔT 为温度变化量[12]。

片状 PI 薄膜可以近似看作生物半透膜, 在不同浓度的盐溶液中, 会因薄膜内外的渗透压改变而产生吸水膨胀或失水收缩现象。在一定盐度的溶液中, 薄膜中的水浓度最终会达到一个稳定值, 此时, 薄膜内的溶液和外界溶液之间形成了水交换的动态平衡。聚酰亚胺涂层在溶液中的水交换过程可以用菲克第二定律描述:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D\nabla^2 c \quad (3)$$

式中: c 为水浓度, D 为扩散系数, t 为扩散时间。

涂覆片状 PI 薄膜后的 FBG, 可以看作一个整体, 其不同浓度的盐溶液中产生的形变会使其作用在 FBG 上的应力改变, 从而引起光栅的波长变化, 可表示为:

$$\frac{\Delta\lambda_B}{\lambda_B} = (1 - P_e)(\varepsilon_s + \varepsilon_T) + \xi\Delta T \quad (4)$$

式中: ε_s 为涂覆 PI 薄膜后的 FBG 因溶液浓度变化而产生的应变, ε_T 为 FBG 因温度变化而产生的应变, 可表示为:

$$\varepsilon_s = \beta_M \cdot \frac{E_M V_M}{E_F V_F + E_M V_M} \cdot \Delta S \quad (5)$$

$$\varepsilon_T = (\alpha_M - \alpha_F) \cdot \frac{E_M V_M}{E_F V_F + E_M V_M} \cdot \Delta T \quad (6)$$

式中: β_M 为 PI 的吸水形变系数, V_F 为光纤体积, V_M 为 PI 体积, E_F 为光纤的杨氏模量, E_M 为 PI 的杨氏模量, ΔS 为溶液盐度变化量, α_F 为光纤的热膨胀系数, α_M 为 PI 的热膨胀系数。

因此, 式(4)可表示为:

$$\Delta\lambda_B = K_S \Delta S + K_T \Delta T \quad (7)$$

式中: K_S 和 K_T 分别为传感器的盐度灵敏系数和温度灵敏系数。可分别表示为:

$$K_S = (1 - P_e) \cdot \beta_M \cdot \frac{E_M V_M \lambda_B}{E_F V_F + E_M V_M} \quad (8)$$

$$K_T = \lambda_B \cdot \left[(1 - P_e) \cdot (\alpha_M - \alpha_F) \cdot \frac{E_M V_M}{E_F V_F + E_M V_M} + \xi \right] \quad (9)$$

由式(7)可知, 基于 PI 涂覆 FBG 制作的盐度传感器对盐度和温度都敏感, 因此, 在测量盐度时, 需要进行温度补偿, 消除温盐度交叉敏感问题。没有涂覆 PI 的 FBG 对盐度不敏感, 常用作温度传感器, 可以用来补偿温度所引起的波长漂移量, 其波长变化可表示为:

$$\Delta\lambda_b = K_T \Delta T \quad (10)$$

图 1 为本文设计的 FBG 盐度传感器结构示意图, 其中 FBG1 为涂覆片状 PI 薄膜的盐度传感元件, FBG2 为表面没有涂覆 PI 的温度传感元件。FBG1 和 FBG2 购于济南市达慧光电科技有限公司, 其光栅长度都为 10 mm。

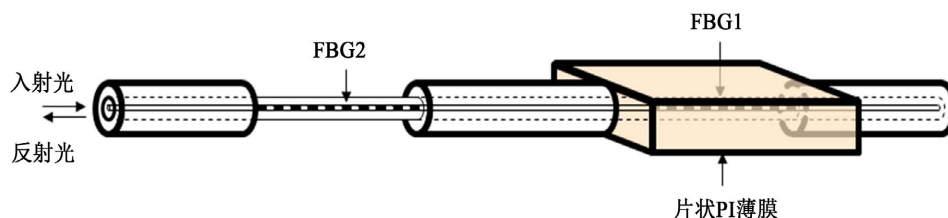


Figure 1. The structural schematic image of FBG salinity sensor

图 1. FBG 盐度传感器的结构示意图

3. 传感器制备及实验系统

3.1. 化学蚀刻

光纤光栅的腐蚀程度与氢氟酸浓度和腐蚀时间有关, 氢氟酸浓度越高, 腐蚀时间越久, 其腐蚀程度越高, 腐蚀之后的光纤光栅直径越小。由于氢氟酸浓度不变, 因此, 可以通过控制腐蚀时间来控制光纤光栅的直径。选用浓度为 20% 的氢氟酸作为腐蚀剂, 经过多次实验, 确定腐蚀时间为 15 min 最佳。先用去离子水清洗 FBG1 表面, 待其干燥后浸入腐蚀剂中 15 min, 再缓慢匀速拉出, 最后用去离子水清洗蚀刻后的 FBG1。

3.2. FBG1 表面预处理

涂层与 FBG 的粘接程度会影响涂层与光栅间的应力传递, 进而影响传感器的灵敏度。硅烷偶联剂可分别与 PI 涂层中的氨基以及 FBG 表面的羟基相结合, 能够确保涂层形变有效传递给 FBG [13]。选用 KH-550 溶液作为偶联剂, 并将 KH-550、去离子水和无水乙醇按 20:72:8 的比例配制成表面预处理溶液。在涂覆 PI 之前, 使用无水乙醇清洁消毒蚀刻后的 FBG1 表面, 再将 FBG1 浸入表面预处理溶液 10 min, 缓慢匀速拉出后放入高温干燥箱中, 80℃ 下烘干。

3.3. FBG1 镀膜

由于聚酰亚胺溶液具有流动性, 且在加热过程中会释放气体, 片状 PI 薄膜可能会有气孔产生。为了防止气腔的形成和得到表面均匀的 PI 薄膜, 利用 6 块玻璃片设计了一种特定的涂覆模具, 其结构如图 2 所示。将 FBG1 放置在模具中央, 用耐高温胶带将光纤光栅拉直固定。片状 PI 薄膜的涂覆过程如图 3 所示, 把 PI 溶液填充进模具中, 再整体放入干燥箱中烘干。

PI 薄膜的加热固化工艺曲线如图 4 所示, 由于片状薄膜的用料多, 需要在低温段保温较长时间, 使 PI 溶液里的水和溶剂充分挥发。基于沸煮法, 将完成加热固化之后的 FBG1 从模具上脱离, 再利用刀具裁剪掉多余的薄膜材料。

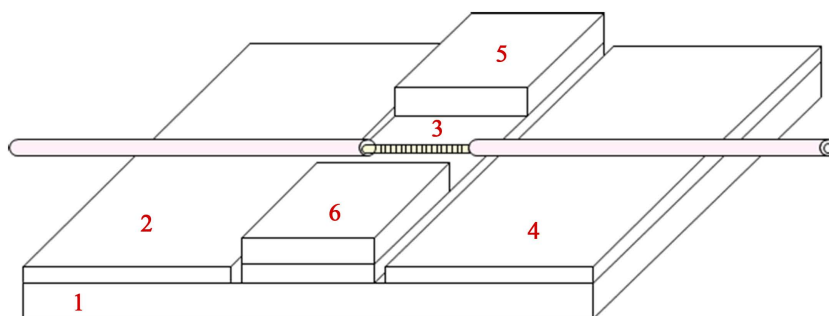


Figure 2. The structure diagram of coating mold
图 2. 涂覆模具结构图

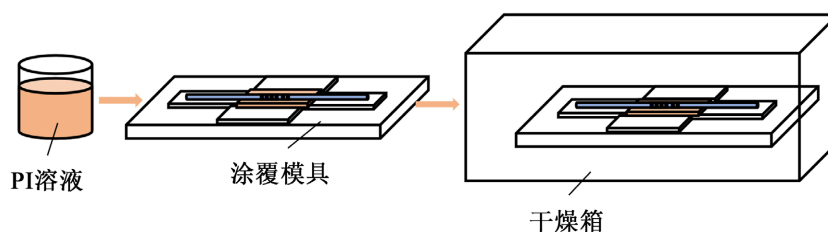


Figure 3. The coating process of lamellar PI film
图 3. 片状 PI 薄膜的涂覆过程

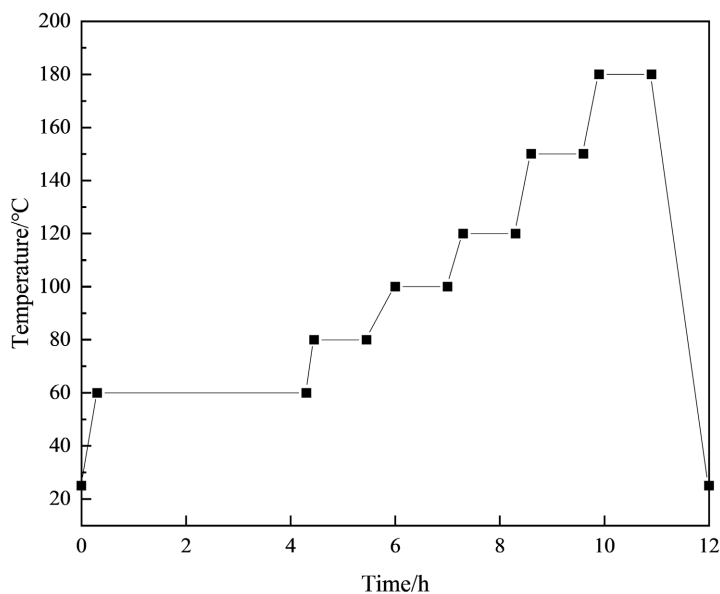


Figure 4. The heating curing process curve of lamellar PI film
图 4. 片状 PI 薄膜的加热固化工艺曲线

3.4. 级联 FBG1 和 FBG2

利用光纤熔接机将制作好的 FBG1 和没有涂覆 PI 的 FBG2 级联起来, 二者间的间隔约为 5 cm, FBG 盐度传感器制备完成。用无水乙醇清洗 FBG2 的表面后, 该传感器可用于温度和盐度的传感实验。

3.5. 实验系统

组合了一套实验系统, 其示意图如图 5 所示。该实验系统由光纤光栅解调仪、恒温油水浴锅、FBG

盐度传感器、试管、铁架台及上位机组成。其中光纤光栅解调仪为深圳中科技术有限公司生产的 8 通道光纤光栅解调仪，分辨率为 1 pm，波长解调范围为 1525~1565 nm。恒温油水浴锅的型号为 HH-WO，购于上海勒顿实业有限公司，其温控范围为室温~300℃，温度偏差为 $\leq 1^\circ\text{C}$ 。

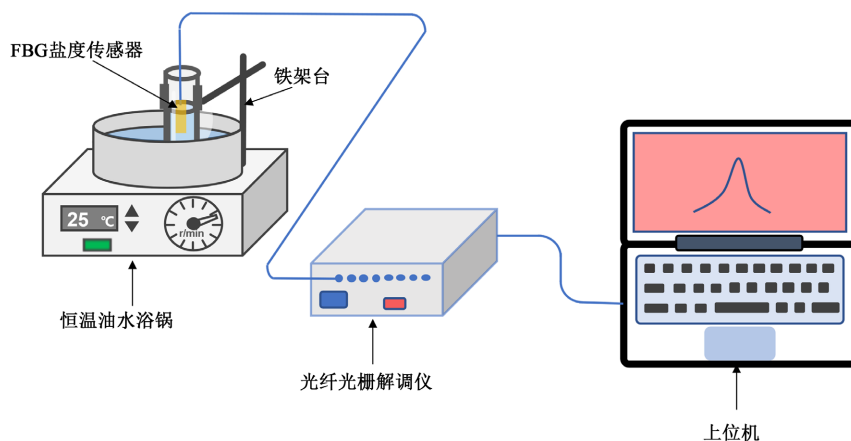


Figure 5. The schematic diagram of FBG salinity sensor experimental system
图 5. FBG 盐度传感器实验系统示意图

4. 实验及分析

4.1. 传感特性

为了验证传感器是否对盐度敏感，设计了盐度传感特性实验。利用 NaCl 晶体和去离子水配置了浓度范围在 0%~7%，跨度为 1% 的八种 NaCl 溶液作为盐度测试样液。将 FBG 盐度传感器置于盐溶液中，水浴温度保持在 25℃ 不变，以避免温度串扰。为使片状 PI 薄膜充分吸水，静置 2 小时后记录光纤光栅解调仪所示数值。每次实验后，使用吸水纸吸干薄膜表面水分。将得到的波长数据进行线性拟合，FBG1 与 FBG2 的盐度传感特性曲线如图 6 所示。

图 6 表明，FBG1 对盐度敏感，其中心波长值随盐度的增大而线性减小。产生这种现象的原因为：随着盐度的增加，PI 薄膜中的溶液浓度低于光栅周围的溶液浓度，薄膜不断失水收缩，对光栅施加轴向应力，

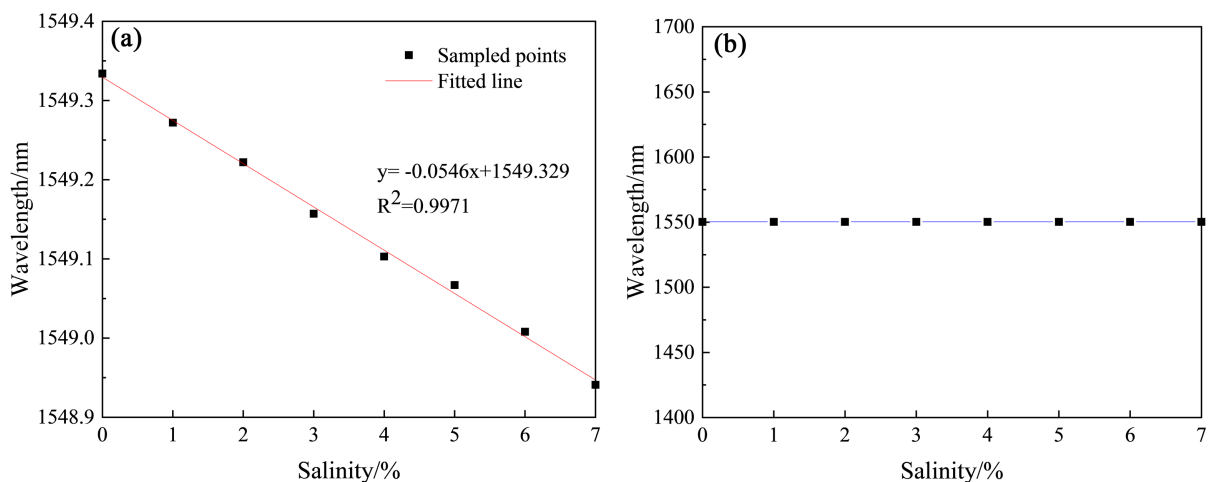


Figure 6. (a) The salinity sensing characteristic curve of FBG1; (b) The salinity sensing characteristic curve of FBG2
图 6. (a) FBG1 的盐度传感特性曲线；(b) FBG2 的盐度传感特性曲线

光栅周期减小, 波长往短波方向漂移。对 FBG1 的盐度测量数据进行线性拟合, 其拟合度 R^2 为 0.9971, 线性关系较好。盐度传感特性曲线的拟合方程为 $y = -0.0546x + 1549.329$, 则其盐度灵敏度为 $-54.6 \text{ pm}/\%$ 。FBG1 的盐度灵敏度约为文献 10 所制作的环状 PI 薄膜 FBG 盐度传感器的灵敏度的 18.3 倍。FBG2 的中心波长在不同浓度的盐溶液中没有变化, 说明 FBG2 对盐度不敏感。

为探究传感器的温度响应特性, 设计了温度传感实验。将传感器放入浓度为 1% 的盐溶液中进行温度响应测试, 水浴温度变化范围为 $25^\circ\text{C} \sim 60^\circ\text{C}$, 跨度为 5°C 。每个温度节点下, 保持水浴温度半小时, 使 PI 涂层充分受热膨胀。温度传感的响应值拟合如图 7 所示, FBG1 和 FBG2 都对温度敏感, 其中心波长都随温度的增大而线性增大, 产生这种现象的原因为: PI 薄膜和光纤本身都受热膨胀, FBG 受到轴向拉伸应力作用, 其周期增大, 中心波长往长波方向漂移。由图 7 可知, FBG1 的温度灵敏度 $32.2 \text{ pm}/^\circ\text{C}$, 其温度传感特性曲线的线性拟合度为 0.9986; FBG2 的温度灵敏度为 $10.1 \text{ pm}/^\circ\text{C}$, 其温度传感特性曲线的线性拟合度为 0.9994。

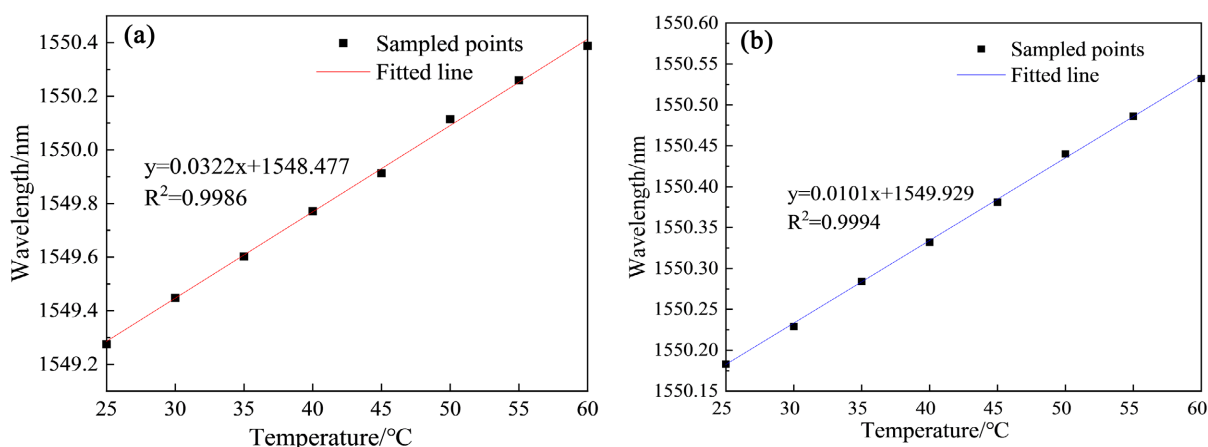


Figure 7. (a) The temperature sensing characteristic curve of FBG1; (b) The temperature sensing characteristic curve of FBG2
图 7. (a) FBG1 的温度传感特性曲线; (b) FBG2 的温度传感特性曲线

4.2. 温度补偿

通过级联的方法, 将 FBG1 与 FBG2 集成到一根光纤上。在测量时, 光纤光栅解调仪可以同时获得 FBG1 和 FBG2 的中心波长值。该传感器的盐度测量公式如下:

$$\begin{cases} \Delta\lambda_{B1} = K_{T1}\Delta T + K_{S1}\Delta S \\ \Delta\lambda_{B2} = K_{T2}\Delta T \end{cases} \quad (11)$$

式中: $\Delta\lambda_{B1}$ 和 $\Delta\lambda_{B2}$ 分别为 FBG1 和 FBG2 的中心波长变化值, K_{T1} 和 K_{T2} 分别为 FBG1 和 FBG2 的温度灵敏度, K_{S1} 为 FBG1 的盐度灵敏度。由矩阵理论可知, 式(12)可以转换为如下数学矩阵:

$$\begin{bmatrix} \Delta T \\ \Delta S \end{bmatrix} = \frac{1}{K_{T2} \cdot K_{S1}} \begin{bmatrix} 0 & K_{S1} \\ K_{T2} & -K_{T1} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta\lambda_{B1} \\ \Delta\lambda_{B2} \end{bmatrix} \quad (12)$$

将通过实验获得的 FBG1 和 FBG2 的温度与盐度灵敏度数值代入式(13)可得:

$$\begin{bmatrix} \Delta T \\ \Delta S \end{bmatrix} = -\frac{1}{10.1 \times 54.6} \begin{bmatrix} 0 & -54.6 \\ 10.1 & -32.2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Delta\lambda_{B1} \\ \Delta\lambda_{B2} \end{bmatrix} \quad (13)$$

因此, 可以通过光纤光栅解调仪获得的波长值来计算溶液的盐度和温度, 并且能实现温度和盐度同时测量。

4.3. 稳定性

稳定性是盐度传感器的一项重要性能指标,为此设计了盐度稳定性实验。将恒温油浴锅的温度设置为 25℃不变,盐溶液的浓度分别保持 3%和 5%不变。将 FBG 盐度传感器放入盐溶液中,以 2 小时后的时间点为零点,记录 FBG1 中心波长在接下来的 200 min 内随时间变化的情况。由图 8 可知,在盐度分别为 3%和 5%时,测量值与理论值之间的最大偏差分别为 9 pm 和 11 pm。由于 FBG1 的盐度灵敏度为 $-54.6 \text{ pm}/\%$,计算可知在盐度分别为 3%和 5%时,传感器测量盐度的误差约为 0.16%和 0.2%。图 8 表明传感器的测量误差小,稳定性较好。

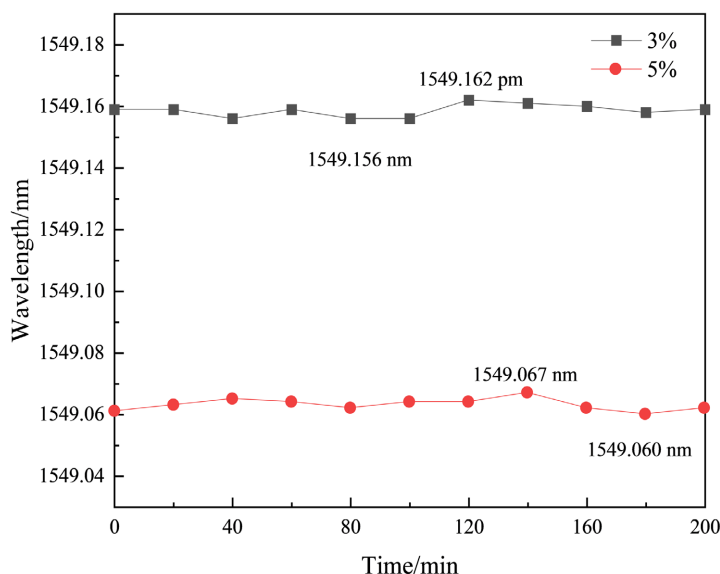


Figure 8. The stability experimental results of FBG1 for measuring salinity
图 8. FBG1 测量盐度时的稳定性实验结果

5. 结论

本文提出了一种基于片状 PI 薄膜的 FBG 盐度传感器,可用于海水的盐度测量。分析了传感器的传感原理,通过级联 2 个 FBG 的方法解决了温度串扰问题,并验证了其对温度和盐度的传感特性。FBG1 的表面涂覆片状 PI 薄膜用作盐度传感元件,FBG2 为表面未处理的裸光栅用作温度传感元件。实验结果表明:该传感器测量盐度的线性拟合程度高,稳定性好,其盐度灵敏度为 $-54.6 \text{ pm}/\%$,是镀环状 PI 薄膜的 FBG 盐度传感器的灵敏度的 18.3 倍。通过构建传感矩阵,实现了盐度和温度的同时测量。该传感器制作简单、灵敏度高、稳定性好,具有很好的推广性和应用前景。

参考文献

- [1] 李加林,沈满洪,马仁锋,等. 海洋生态文明建设背景下的海洋资源经济与海洋战略[J]. 自然资源学报, 2022, 37(4): 829-849.
- [2] 许金电,靖春生,蔡尚湛,等. 海洋水平环流输送对印度洋表层盐度的调整机制[J]. 海洋学报, 2022, 44(5): 80-91.
- [3] Broadbent, H.A., Ivanov, S.Z. and Fries, D.P. (2007) A Miniature, Low Cost CTD System for Coastal Salinity Measurements. *Measurement Science and Technology*, **18**, Article 3295. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/18/11/005>
- [4] 王力,王永杰,于非,等. 光纤传感技术在物理海洋观测领域的应用研究[J]. 激光与光电子学进展, 2021, 58(13): 191-208.

-
- [5] 曹庭水, 江超, 黄会玲, 等. 用于同时测量湿度和温度的多路光纤光栅传感器[J]. 仪表技术与传感器, 2022(9): 20-25.
- [6] Lin, Y., Gong, Y., Wu, Y., *et al.* (2015) Polyimide-Coated Fiber Bragg Grating for Relative Humidity Sensing. *Photonic Sensors*, **5**, 60-66. <https://doi.org/10.1007/s13320-014-0218-8>
- [7] Wang, S.S., Liao, Y.P., Yang, H.J., *et al.* (2015) Modeling Seawater Salinity and Temperature Sensing Based on Directional Coupler Assembled by Polyimide-Coated Micro/Nanofibers. *Applied Optics*, **54**, 10283-10289. <https://doi.org/10.1364/AO.54.010283>
- [8] Zhang, J., Shen, X., Qian, M., *et al.* (2021) An Optical Fiber Sensor Based on Polyimide Coated Fiber Bragg Grating for Measurement of Relative Humidity. *Optical Fiber Technology*, **61**, Article 102406. <https://doi.org/10.1016/j.yofte.2020.102406>
- [9] Cong, J., Zhang, X., Chen, K., *et al.* (2002) Fiber Optic Bragg Grating Sensor Based on Hydrogels for Measuring Salinity. *Sensors and Actuators B: Chemical*, **87**, 487-490. [https://doi.org/10.1016/S0925-4005\(02\)00289-7](https://doi.org/10.1016/S0925-4005(02)00289-7)
- [10] Men, L.Q., Lu, P. and Chen, Q.Y. (2008) A Multiplexed Fiber Bragg Grating Sensor for Simultaneous Salinity and Temperature Measurement. *Journal of Applied Physics*, **103**, Article 53107. <https://doi.org/10.1063/1.2890156>
- [11] 王宇琦, 潘震, 戢雅典, 等. 基于拉丝塔光纤光栅的准分布式温盐传感器[J]. 光子学报, 2023, 52(4): 33-43.
- [12] 孙世政, 于竞童, 韩宇, 等. 基于 SSA-ELM 的双层十字梁结构光纤布拉格光栅传感器三维力解耦[J]. 光学精密工程, 2022, 30(3): 274-285.
- [13] 周怡妃, 梁大开, 曾捷, 等. 基于 PI 湿敏薄膜的分布式光纤 Bragg 光栅湿度传感器[J]. 光电子. 激光, 2011, 22(11): 1597-1601.