

文章编号: 1001-3806(2009)03-0252-04

## Fe-C 合金膜光纤腐蚀传感器的制作及性能研究

闫磊朋, 李威\*, 洪晓华, 蔡文娟

(中国矿业大学 机电工程学院, 徐州 221008)

**摘要:** 为了在光纤纤芯上制备更符合要求的 Fe-C 合金膜, 取代了氢氟酸(HF)腐蚀包层的方法, 选用刀笔去除光纤的涂覆层和包层; 分别使用物理气相沉积离子溅射金及 Fe-C 合金、物理气相沉积真空蒸镀 Fe-C 合金、化学镀铜 4 种方法使纤芯表面金属化。经过对比分析, 选择在金膜和铜膜上继续利用电镀方法沉积上不同厚度的 Fe-C 合金膜, 进而进行腐蚀传感实验。最后利用新的实验数据记录方法, 并通过实验中不同厚度的 Fe-C 合金膜表现出的传感特点, 提出了一个腐蚀定量监测方案。结果表明, 通过离子溅射金使纤芯金属化是一个相对较好的方法, 这为 Fe-C 合金膜光纤腐蚀传感器的进一步发展开启了新思路。

**关键词:** 光纤光学; Fe-C 合金膜制备; 腐蚀实验; 定量监测

**中图分类号:** TP212.14 **文献标识码:** A

### Fabrication and performance of optical fiber corrosion sensor with Fe-C alloy film

YAN Lei-peng, LI Wei, HONG Xiao-hua, CAI Wen-juan

(College of Mechanical & Electrical Engineering, China University of Mining and Technology, Xuzhou 221008, China)

**Abstract:** In order to obtain better Fe-C alloy film, a knife-pen was used to eliminate the coating and cladding of fibers effectively instead of conventional HF acid method. The fiber core was metallized by means of ion sputtering Au or Fe-C, vacuum evaporating Fe-C, electroless plating Cu respectively. Then Fe-C film in different thickness was electroplated on the Cu film and Au film. After testing the sensing properties of the different thickness of Fe-C film, a new way was proposed to monitor corrosion quantitatively, a conclusion was drawn that the ion sputtering Au was the best way to metallize the fiber core, which should be helpful for the future research of the optical fiber corrosion sensor with Fe-C alloy film.

**Key words:** fiber optics; fabrication of Fe-C alloy film; corrosion test; quantitative monitoring

## 引言

近年来,随着光纤传感技术的不断发展,人们对用于监测金属腐蚀状况的光纤传感技术的研究也是不断深入,涌现出了各种各样的光纤腐蚀传感器的研究方案<sup>[1-5]</sup>。基于在光纤纤芯上制备 Fe-C 合金敏感膜的光纤腐蚀传感器便是其中一种,以此来监测现实中钢铁结构的腐蚀情况。许多学者已经对此种传感器进行了大量的研究<sup>[6-7]</sup>,得到了该传感器一些初步的传感性能。

Fe-C 合金膜光纤腐蚀传感器的制作研究过程一般为:(1)去掉多模光纤中部一段区域的塑料涂覆层和包层,露出纤芯;(2)通过一定方法在纤芯上沉积一

层 Fe-C 合金膜;(3)在各种腐蚀环境中进行腐蚀实验,找出其传感规律。作者在对此传感器的制作和研究过程中,发现了目前研究中存在的几个问题,对其进行了分析,并提出了解决方案,希望在今后的研究中起到一定的启示作用。

## 1 塑料涂覆层和包层的去除

从已有的报道来看,涂覆层一般是用刀片直接切除<sup>[8]</sup>,或用浓硫酸腐蚀掉<sup>[9]</sup>。对于包层,一般都是利用氢氟酸腐蚀<sup>[10]</sup>,为了能刚好腐蚀掉包层而露出纤芯,现有两种方法(以 62.5 $\mu\text{m}$ /125 $\mu\text{m}$  多模光纤为例):(1)测出一定浓度的氢氟酸对包层的腐蚀速度,计算出刚好腐蚀完包层的时间<sup>[11]</sup>;(2)边腐蚀边用显微镜观察光纤的直径,当直径还剩 62.5 $\mu\text{m}$  的时候停止腐蚀<sup>[12]</sup>。

作者在用 62.5 $\mu\text{m}$ /125 $\mu\text{m}$  多模标准通讯光纤制作传感器的过程中发现,以上两个去除包层的方法都存在很大问题。第 1 种通过计算腐蚀时间的方法明显

基金项目:江苏省自然科学基金资助项目(BK2006037)

作者简介:闫磊朋(1982-),男,硕士,主要从事机械控制方面的研究。

\* 通讯联系人。E-mail:liweicumt@163.com

收稿日期:2008-01-29;收到修改稿日期:2008-05-05

会产生很大的误差。在腐蚀的过程中氢氟酸的浓度会不断降低,加之温度和其它环境因素的影响,使得腐蚀时间和光纤直径之间不可能成线性关系,也就是说腐蚀速度不会恒定,因此,通过计算腐蚀时间而确定有没有刚好腐蚀完包层存在很大的误差;第2种通过显微镜观察的方法虽较第1种方法好,但操作过程太过麻烦,腐蚀过程中需不断地把光纤拿到显微镜下测量,而且很难保证在包层刚好腐蚀完的那一刻把光纤从氢氟酸中取出。此外,以上两种方法还都必然存在如下问题:没考虑光纤本身在尺寸上的误差。事实上,以标准 $62.5\mu\text{m}/125\mu\text{m}$ 多模光纤为例,其纤芯的制造误差基本上在 $\pm 2.5\mu\text{m}$ 左右,也就是说,当光纤直径腐蚀得还剩 $62.5\mu\text{m}$ 的时候,并不代表正好腐蚀完包层,露出了纤芯;其次,氢氟酸的腐蚀会使光纤表面不再光滑,光泄露增加,对后面的传感实验有负面影响。

此外,用刀片去除涂敷层的方法并不妥当,实践来看,在切除涂覆层的时候很容易伤到包层,这就会使包层的周圈不再均匀,下一步氢氟酸将无法均匀地腐蚀掉包层。而用浓硫酸腐蚀掉涂覆层的方法又显得麻烦。

通过反复实践,作者发现了一个方便而精确的方法。实验中用刀笔(有刀柄,头部的刀片锋利小巧,使用上比普通刀片方便很多)代替刀片,经过细心研刮,可以使包层和纤芯自然分离,图1是一段去除了包层的光纤。

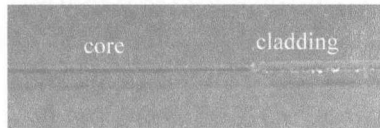


Fig. 1 Optical fiber with exposed cladding and core

由于包层最终要从纤芯上去除掉,所以在去除涂覆层的时候并不怕伤到包层。此外由于是自然分离,所以过程中基本对纤芯不会造成伤害,甚至可以是零伤害,纤芯表面依然光滑,不会产生光泄露,之后进行的一个测试也说明了这一点。把3根光纤在没去除包层之前和之后分别连接上激光光源和光功率计,对比前后输出光功率的变化,测试数据如表1所示。

Table 1 Variation of the light output power before and after eliminating cladding/ $\mu\text{W}$

	fiber 1	fiber 2	fiber 3
before eliminating cladding	15.4	16.4	17.0
after eliminating cladding	15.1	17.2	16.8

从表1中可以看到,在用刀笔去除掉包层之后,光功率基本不会出现减弱,甚至还会出现增加的现象(如光纤2),这就证明了用刀笔去除包层的方法基本不会造成光泄露,是一个方便而有效的方法。

## 2 Fe-C合金膜制备方法的选择

目前,在光纤纤芯上制备Fe-C合金膜层的方法基本都是先使纤芯表面金属化,形成一层很薄的中间导电膜,然后再通过电镀在中间膜上沉积上一定厚度的Fe-C合金膜。对于纤芯表面金属化的方法,可选择性很大,而且其对下一步的电镀和传感器的性能影响很大,所以这是制作传感器过程中很重要的一步,目前的方法主要有两种:一是通过化学镀使纤芯表面金属化,如镀Ag<sup>[11]</sup>,镀Cu<sup>[13]</sup>等;二是通过物理气相沉积方法沉积导电层,如溅射镀Ni<sup>[14]</sup>、蒸发镀Fe-C合金<sup>[14]</sup>等。

实践中,分别通过物理气相沉积离子溅射法沉积金膜和Fe-C合金膜、物理气相沉积蒸镀法沉积Fe-C合金膜、化学镀铜沉积铜膜,共4种方法使纤芯表面金属化,并控制其厚度,之后再用电镀法沉积Fe-C合金膜,制作出传感区域。

离子溅射Fe-C合金以普通20#碳钢为靶材,共溅射4次,每次90min左右,之后通过扫描电镜测得其厚度约 $1\mu\text{m}$ ,更重要的是在溅射过程中,由于真空室不能达到绝对真空( $10^{-2}\text{Pa} \sim 10^{-3}\text{Pa}$ ),氧气还部分存在,所以过程中,Fe-C合金膜氧化严重,从图2中可以看到红色的 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,这将对下一步的电镀以及传感器的传感性能带来不利影响。蒸镀法虽然能够提高膜层厚



度,但提高有限,而且膜层很不均匀,一次蒸镀中纤芯上背离蒸发源的一侧往往蒸不上Fe-C合金,另外,蒸发镀的真空室虽然有更高的真空度(大约 $10^{-5}\text{Pa}$ ),但依然存在氧化。因此,用物理气相沉积法在纤芯上直接沉积Fe-C合金膜的方法可行性不高。

金膜基本不会受氧化的影响,导电性能良好,铜膜虽存在一定氧化的影响,但化学镀工艺成熟,所以,实验选择在离子溅射的金膜和化学镀的铜膜上分别电镀Fe-C合金膜,厚度均控制在 $5\mu\text{m}$ 左右,然后把它们分别放入质量分数为0.1的稀 $\text{HNO}_3$ 溶液中,光纤一端连接上激光光源,令一端连接上光功率计,进行腐蚀实验。记录输出光功率随腐蚀进程的变化,得出的结果如图3和图4所示,横坐标是Fe-C合金膜被腐蚀掉的厚度。

从两图中可以看到,随着腐蚀的进行光功率都会在某一时刻迅速增加,但图3中光功率从 $5\mu\text{W}$ 左右增加到了 $14.5\mu\text{W}$ 左右,达到稳定,而图4中仅增加到了 $13\mu\text{W}$ 左右,故可见离子溅射金比化学镀铜光功率变化幅值更大,因此具有更好的敏感性。原因应该是离子溅射金时,不需要对纤芯表面进行粗化,但在化学镀

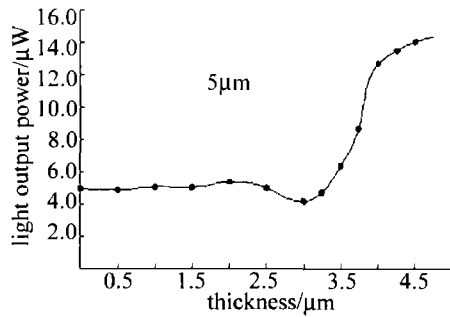


Fig. 3 Variation of the light output power along the Fe-C film corrosion thickness (ion Au sputtering)

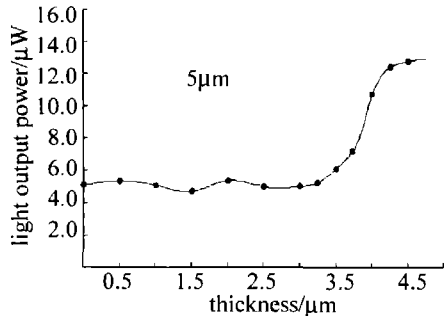


Fig. 4 Variation of the light output power along the Fe-C film corrosion thickness (electroless copper plating)

铜时必须对纤芯表面进行粗化处理,粗糙的纤芯表面增加了光泄露量,而且铜在整个过程中难免存在氧化,影响其导电性,对之后的电镀带来负面影响,进而影响了其敏感性。

由以上实验可知,在纤芯表面金属化问题上,用物理气相沉积方法直接沉积 Fe-C 合金膜存在很大问题,而用化学镀方法又存在因为粗化带来的负面影响。综合比较,用离子溅射金使纤芯表面金属化进而电镀 Fe-C 合金膜是一个相对较好的方法,这对以后传感器的制作研究必将起到一定的启示作用。

### 3 腐蚀实验结果分析

目前,对 Fe-C 合金膜光纤腐蚀传感器的腐蚀实验方案是把传感器置于各种不同的腐蚀环境中(如腐蚀溶液<sup>[8]</sup>、烟雾环境<sup>[10]</sup>等)进行腐蚀,然后记录在腐蚀过程中光功率的变化,测出的数据都是以时间为横坐标,输出光功率为纵坐标进行记录。由于在不同的腐蚀环境中,金属腐蚀速度就会不同,而实际现场中,不同的位置就有着不同的腐蚀环境,金属的腐蚀速度在各点也势必不同,因此,以时间为横坐标记录光功率的变化毫无意义。作者在实践中以 Fe-C 合金膜被腐蚀掉的厚度作为横坐标对光功率的变化进行监测,得出的多组数据有望在传感器的进一步研究中发挥作用。

实验通过离子溅射金使光纤表面金属化,进而电镀 Fe-C 合金,制备了多个不同厚度的 Fe-C 合金膜,然后放入质量分数为 0.1 的稀 HNO<sub>3</sub> 溶液中进行腐蚀实

验。由于腐蚀过程中很难准确地测出各个时刻膜层被腐蚀掉的厚度,因此,之前先把一条其上的 Fe-C 合金膜层厚度已知(扫描电镜测量)的光纤放入腐蚀溶液中进行腐蚀,记录从开始到把 Fe-C 合金膜层腐蚀完露出金层为止的总时间,在假设腐蚀速度恒定的前提下,就可以算出腐蚀速度,也就得出了各个时刻 Fe-C 合金膜被腐蚀掉的厚度。图 5 中给出 Fe-C 合金膜层为 8 μm 的实验结果,从结果中可以看出,一开始由于 Fe-

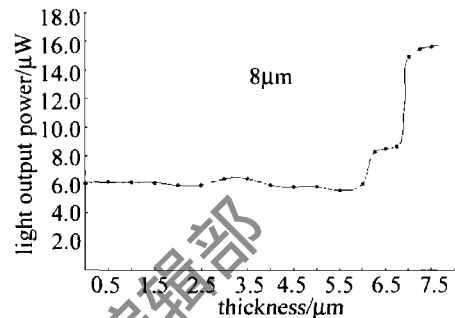


Fig. 5 Variation of the light output power along the Fe-C film corrosion thickness (ion Au sputtering)

C 合金膜很厚,对光有稳定的吸收,所以光功率在开始阶段起伏变化不大。当 Fe-C 合金膜腐蚀掉大约 6 μm 的时候,光功率开始有迅速增加,一直到 7.5 μm 左右基本上达到稳定,不过在增加的过程中存在不稳定现象,在图中可以看出有一段曲线(6.3 μm ~ 6.7 μm)是水平的,应该是腐蚀产物堆积于表面增加了对光的吸收,导致光功率没能继续快速增加,但随着腐蚀的进行,腐蚀产物与溶液发生反应或进入溶液中,而使得光功率继续增加。在图 3 中,同样看到,光功率在 Fe-C 合金膜被腐蚀掉大概 3.5 μm 到 4.5 μm 之间的过程中有迅速增加。

可以看到,对于一定厚度 Fe-C 合金膜的光纤腐蚀传感器,其都是在当 Fe-C 合金膜还剩大约 1 μm ~ 2 μm 的范围内,光功率有迅速增加,所以对于单个传感器,其只能定性地判别出腐蚀程度。因此,可以设想把多个不同厚度 Fe-C 合金膜的传感器放在一起,比如把 5 μm 的和 8 μm 的放在一起监测腐蚀,当 5 μm 的光功率有迅速增加的时候,就知道这时候 Fe-C 合金大约被腐蚀掉了 3 μm ~ 4 μm,而当 8 μm 的光功率有迅速增加的时候,就知道这时候 Fe-C 合金大约被腐蚀掉了 6 μm ~ 7 μm,因此,把多个不同厚度的传感器放在一起,有望实现对腐蚀程度的定量监测。

### 4 结论

关于 Fe-C 合金膜光纤腐蚀传感器,发现了 3 个问题,并提出了改进措施:(1)用刀笔去除光纤的涂覆层和包层,取代了原来用氢氟酸腐蚀掉包层的方法;(2)在纤芯表面金属化的方法选择上,指出了物理气相沉

积直接镀 Fe-C 合金和化学镀金属两个方法存在的缺陷和物理气相沉积离子溅射金的相对优点;(3)在腐蚀实验的数据记录上,提出以 Fe-C 合金膜被腐蚀掉的厚度为横坐标对输出光功率进行记录,并设计了计算腐蚀掉的厚度的方法,最后提出了一个对腐蚀实现定量监测的方案。

#### 参 考 文 献

- [1] WOODRUFF M W, SIRKIS J S. Corrosion sensing of aluminum using optical fiber [J]. SPIE, 1994, 2191: 511-515.
- [2] RUTHERFORD P, IKEGAMI R, SHRADER J. Aluminum alloy clad fiber optic corrosion sensor [J]. SPIE, 1997, 3042: 248-259.
- [3] FUHR P L, HUSTON D R, MCPADDEN A J, *et al.* Embedded chloride detectors for roadways and bridges [J]. SPIE, 1996, 2719: 229-237.
- [4] BENOUNIS M, JAFFREZIC-RENAULT N. Elaboration of an optical fibre corrosion sensor for aircraft applications [J]. Sensors and Actuators, 2004, B100(1/2): 1-8.
- [5] BAO J L, ZHANG J M, CHEN K Sh, *et al.* Processes and application of fiber grating sensor [J]. Laser Technology, 2000, 24(3): 174-179 (in Chinese).
- [6] LI X M, CHEN W M, Huang Z Q, *et al.* Fiber optic corrosion sensor fabricated by electrochemical method [J]. SPIE, 1998, 3330: 18-20.

- [7] DONG S Y, LIAO Y B, ZHANG M. Effects of chemical modification on fusion splicing of optical fiber and preparation of fiber corrosion sensor [J]. SPIE, 2004, 5579: 213-220.
- [8] LI X M, ZHANG Sh T, HUANG Z Q, *et al.* Fiber optics sensing technique for monitoring corrosion of steel in reinforced concrete [J]. Corrosion Science and Protection Technology, 1999, 11(3): 169-173 (in Chinese).
- [9] LI X F, YU H H, JIANG D Sh, *et al.* Electroless Ni-plating on quartz optical fiber [J]. Optics & Optoelectronic Technology, 2003, 1(2): 33-35 (in Chinese).
- [10] RUTHERFORD P, IKEGAMI R, SHRADER J. Novel NDE fiber optic corrosion sensor [J]. SPIE, 1996, 2718: 158-169.
- [11] LI X M, CHEN W M, HUANG Z Q, *et al.* A new type of fiber optic corrosion sensor [J]. Chinese Journal of Sensors and Actuators, 1999, 12(3): 176-180 (in Chinese).
- [12] LI X J, LIN W Sh, FAN P, *et al.* Research on an optical fibre sensor for reinforcement corrosion [J]. Measurement & Control Technology, 2001, 20(8): 10-13 (in Chinese).
- [13] BENOUNIS M, JAFFREZIC-RENAULT N, STREMSDOERFER G. Elaboration and standardization of an optical fibre corrosion sensor based on an electroless deposit of copper [J]. Sensors and Actuators, 2003, B90(1/3): 90-97.
- [14] DONG S Y, LIAO Y B, TIAN Q. Study on different preparing methods of the metallized fiber core for optical fiber corrosion sensor [J]. SPIE, 2005, 5634: 627-633.

(上接第 245 页)

因素之一,作者抛开其它因素的影响,仅讨论了大气散射光强对目标方位偏差角的影响,初步分析了散射光强使目标光斑偏离中心产生一个方位偏差角,得到了一定条件下方位偏差角与散射光强的关系式,从而影响制导精度。为大气散射对制导的影响提供了参考。

#### 参 考 文 献

- [1] PARK S O, LEE S S. Forward far-field pattern of a laser beam scattered by a water suspended homogeneous sphere trapped by a laser beam [J]. J O S A, 1987, A4(3): 417-422.
- [2] WU J, LE S X. The theory of light propagating in the random medium [M]. Chengdu: Chengdu College of Electronic and Communicative Engineering Press, 1988: 18-20 (in Chinese).
- [3] XU X Z. The basis theory of the atmosphere physics [M]. Beijing: China Meteorological Press, 1993: 36-40 (in Chinese).
- [4] PROBER-JONES J R. Resonance component of backscattering by

large dielectric spheres [J]. J O S A, 1984, A1(8): 822-830.

- [5] LIU J B, WU J. Scattering and polarization properties of a complex refractive index spherical particles [J]. Laser Technology, 2005, 29(1): 66-67 (in Chinese).
- [6] van de HULST H C. Light scattering by small particles [M]. New York: Wiley, 1957: 32-40.
- [7] ZHOU B K, GAO Y Z, CHEN T R, *et al.* The principle of laser [M]. 4th ed. Beijing: National Defence Press, 2000: 121-125 (in Chinese).
- [8] IVASIV I B. Regularization of size spectrum reconstruction problem for intensive absorbing particles by the errors of light scattering models [C]//Instrumentation and Measurement Technology Conference. Brussels: IEEE, 1996: 1174-1177.
- [9] LIU J B, WU J. Light scattering model and angular spectrum of scattering intensity in fogs [J]. High Power Laser and Particle Beams, 2005, 17(3): 355-358 (in Chinese).
- [10] AN K, WANG H M, REN G, *et al.* A new angle-measurement algorithm of the detector with four quadrants [J]. Laser & Infrared, 2001, 31(6): 328-329 (in Chinese).