

## 基于木材上激光诱导石墨烯集成传感器的研究

李晨<sup>1\*</sup>, 杨研伟<sup>1</sup>, 夏田<sup>1</sup>, 叶晓慧<sup>2</sup>, 程光华<sup>3</sup><sup>1</sup>陕西科技大学机电工程学院, 陕西 西安 710021;<sup>2</sup>陕西科技大学材料科学与工程学院, 陕西 西安 710021;<sup>3</sup>西北工业大学电子与信息学院, 陕西 西安 710072

**摘要** 木材上激光诱导石墨烯具有环保可降解的优势, 被广泛应用于智能木材建筑、家具、植物传感等领域。提出了一种利用木材制备绿色电子传感器的工艺方法, 使用中心波长为 1070 nm 的光纤激光器将木材转化为含有石墨烯的多孔碳结构, 方块电阻可达到  $8 \Omega \cdot \text{sq}^{-1}$ 。研究表明, 激光将木材中的木质素、纤维素与半纤维素中的一部分转化为多孔碳(石墨烯), 压力的变化使得纤维状多孔碳接触或者分离, 温度的变化会影响石墨微晶的体积变化, 这两者都会影响电阻的变化。制作了灵敏度系数为 86.53 的压力传感器与电阻温度系数为  $-0.101\%$  的温度传感器, 并制作了集成温度与压力的传感器, 传感器满足生活中温度与压力的传感需求, 具有广泛的应用前景。

**关键词** 激光技术; 激光诱导石墨烯; 压力传感器; 温度传感器; 绿色电子; 木材

中图分类号 V261.8

文献标志码 A

doi: 10.3788/CJL202249.0202005

## 1 引言

目前, 在木材上测量应变一般需要在其表面粘贴金属应变片, 这种方法不仅会产生传递误差, 还具有成本高、难以回收、不可降解<sup>[1]</sup>的缺点。而测量表面温度通常需要温差电偶温度计、远红外测温仪等专用仪器, 成本也普遍较高, 因此, 寻找一种可降解的绿色电子传感器就显得尤为重要。

石墨烯是一种具有二维平面结构的碳纳米材料, 其具有高导电性并且也是强度较高的材料之一<sup>[2]</sup>。2015年, Peng等<sup>[3]</sup>利用中心波长为  $10.6 \mu\text{m}$  的  $\text{CO}_2$  激光器在大气环境中照射柔性衬底聚酰亚胺(Polyimide, PI), 由于这种聚合物含有芳香族和酰亚胺重复单元, 研究者制备出了多孔石墨烯<sup>[4]</sup>, 并把这种石墨烯称为激光诱导石墨烯, 简称 LIG (Laser-Induced Graphene)。LIG 具有高导电性, 此项技术为碳纳米材料电子与储能元件<sup>[5]</sup>的合成与成型提供了快速路线, 大大缩减了石墨烯的制备成本。

随着 LIG 的问世, 越来越多的研究者开始关注激光与石墨烯结合的研究; 根据使用激光频率的不同, 这些研究可分为采用飞秒<sup>[6-8]</sup>、纳秒与皮秒激光器照射 PI 制备石墨烯<sup>[9]</sup>; 根据激光波长的不同, 这些研究可分为使用  $355 \text{ nm}$ <sup>[10]</sup>、 $405 \text{ nm}$ <sup>[11]</sup>、 $10.6 \mu\text{m}$ <sup>[12]</sup> 的脉冲激光及  $1030 \text{ nm}$  飞秒激光与  $532 \text{ nm}$  连续波激光照射 PI 制备石墨烯<sup>[13]</sup>; 根据制备石墨烯的前驱体不同, 这些研究可分为利用 PDMS (polydimethylsiloxane)<sup>[14]</sup>、食物、纸板<sup>[15]</sup>、木材<sup>[16]</sup>、树叶<sup>[17]</sup>等高聚物制备石墨烯。对于在木材上制备 LIG, 2017年 Ye等<sup>[16]</sup>使用  $\text{CO}_2$  激光器在木材上制备了 LIG, 其方块电阻可达  $10 \Omega \cdot \text{sq}^{-1}$ , 线宽大约为  $2 \text{ mm}$ 。2019年, Le等<sup>[17]</sup>利用紫外飞秒激光器在木材与树叶上制备了分辨率较高的 LIG, 其线宽小于  $1 \text{ mm}$ , 方块电阻为  $10 \Omega \cdot \text{sq}^{-1}$ , 并测得所制备的 LIG 的电阻温度系数为  $-0.08\%$ 。

以上工作重心都是研究木材上激光诱导石墨烯的成型机理, 虽然有研究人员使用石墨烯制备

收稿日期: 2021-05-19; 修回日期: 2021-05-19; 录用日期: 2021-06-21

基金项目: 国家重点研发计划(2018YFB1107401)、国家自然科学基金(61705124)、中国博士后科学基金(2020M673382)、陕西省自然科学基金(2019JQ-078)、陕西大学青年创新团队、西安市科技计划项目(GXYD1.4)、陕西科技大学博士研究基金(2016BJ-78)

通信作者: \*lichen@sust.edu.cn

了压力<sup>[18]</sup>与温度<sup>[19]</sup>传感器<sup>[20]</sup>,但是关于利用木材上激光诱导石墨烯这项技术制备集成传感器的研究鲜有报道。由于日常生活中多种信号检测的需求日益增加,因此制备多功能传感器具有重要意义。针对上述问题,本文采用中心波长为 1070 nm 的光纤激光器在木材上制备了 LIG,探讨了激光最优参数,研究了具有较小线宽以及较低方块电阻的 LIG,并制作了具有较高灵敏度的集成压力与温度的传感器,为绿色环保的传感器制备提供了一种新方法。

## 2 实验部分

### 2.1 实验材料

松木木质素含量较高,有利于制备 LIG,因此采用松木作为实验的原材料<sup>[15]</sup>。将樟子松木条(尺寸为 20 mm×400 mm×5 mm)放入恒温恒湿试验箱内干燥 2 h(温度为 70 °C)。松木的弹性模量为 4211 MPa<sup>[21]</sup>,泊松比为 0.42<sup>[22]</sup>,线膨胀系数为  $3.39 \times 10^{-6} \text{ m}/\text{°C}$ <sup>[23]</sup>。

### 2.2 样品的制备

将干燥的樟子松木条放入真空腔中,打开机械泵与真空腔的阀门,通过真空计的读数,将真空腔内的真空度控制在 0~700 Pa 内。打开激光器(中心波长为 1070 nm),使用软件预先设计好激光图案,控制激光振镜在松木上加工电子图案。在调整离焦距离时,首先使焦点固定于样品表面上,然后移动扫描振镜的 Z 轴距离,使焦点在样品表面以下 3~6 mm 范围内。实验控制离焦距离为 3~6 mm,激光功率为 0~15 W,标刻速度为 60~250 mm·s<sup>-1</sup>,标刻次数为 8~15,激光频率为 8~12 kHz,所有实验均在这些参数下进行。

### 2.3 样品的表征

利用扫描电镜(SEM)观察 LIG 的结构与尺寸。采用显微共焦激光拉曼光谱仪的 50×物镜记录 LIG 的分子结构信息,激发波长为 532 nm。使用傅里叶变换红外光谱检查样品的化学成分,激光诱导石墨烯粉末样品与 KBr 混合制样。

### 2.4 样品的测试

利用恒温恒湿试验箱营造恒温恒湿环境,将钉子与导线焊接并固定于 LIG 边缘,将导线引出并测试传感器的性能。利用五位半数字多用表记录电阻,利用四探针测量仪测量电阻率,并通过中国江苏东华测试 DH5922N 动态信号测试分析系统采集动态信号。

## 3 分析与讨论

### 3.1 LIG 的制备

为了得到加工 LIG 的最优参数,我们分别分析了真空度( $P$ )、激光频率( $F$ )、离焦量( $D$ )、功率( $L$ )、标刻速度( $S$ )和标刻次数( $M$ )。激光诱导石墨烯制备示意图如图 1 所示。扫描方式与扫描图案如图 2(a)所示,扫描的实际情况如图 2(b)所示。为了增强区域的热效应,扫描图案由 4 个 3 mm×1 mm 的方块组成。控制离焦量与标刻速度,实验完成后测量电阻并观察区域的烧蚀程度,可以初步判断,电阻越小,石墨化程度越高,越容易出现石墨烯,由此确定最优参数,具体实验数据如图 2(c)~(h)所示。

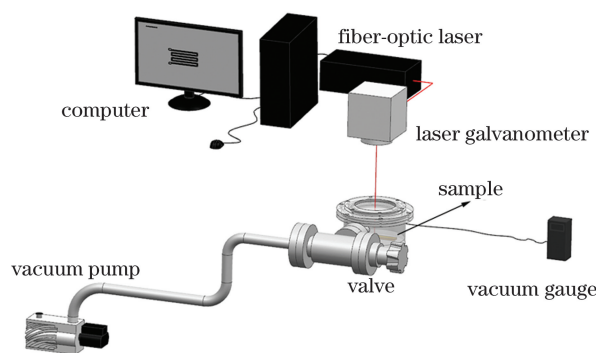


图 1 激光诱导石墨烯制备示意图

Fig. 1 Schematic of LIG preparation

实验所用的光纤激光器可以发出连续激光与脉冲激光,经验证,松木经连续激光照射后会被刻蚀,故实验选用脉冲激光。如图 2(c)所示,控制其余参数不变,激光频率为 10 kHz 时 LIG 的电阻最小,即实验最优激光频率为 10 kHz。在控制激光频率、离焦量、功率、标刻速度、标刻次数不变的情况下,控制真空腔内的真空度,当真空度为 100~600 Pa 时, LIG 的电阻较小,均在 150  $\Omega$  左右,如图 2(d)所示,故实验最优真空度为 100~600 Pa。

控制最优激光频率和最优真空度不变,实验可控参数有离焦量、激光功率、标刻速度和标刻次数。当标刻次数为 14、激光功率为 10 W、标刻速度为 100 mm·s<sup>-1</sup>、离焦量为 3~6 mm 时,电阻变化图如图 2(e)所示,选择电阻最小的样品,视为最佳样品,确定最佳离焦量为 4 mm。当标刻次数为 14、激光功率为 10 W、离焦量为 4 mm、标刻速度为 80~250 mm·s<sup>-1</sup>时,电阻变化图如图 2(f)所示,确定最优标刻速度为 100 mm·s<sup>-1</sup>。当激光功率为 10 W、离焦量为 4 mm、标刻速度为 100 mm·s<sup>-1</sup>,标刻次数为 10~15 时,电阻变化图如图 2(g)所示,确定最

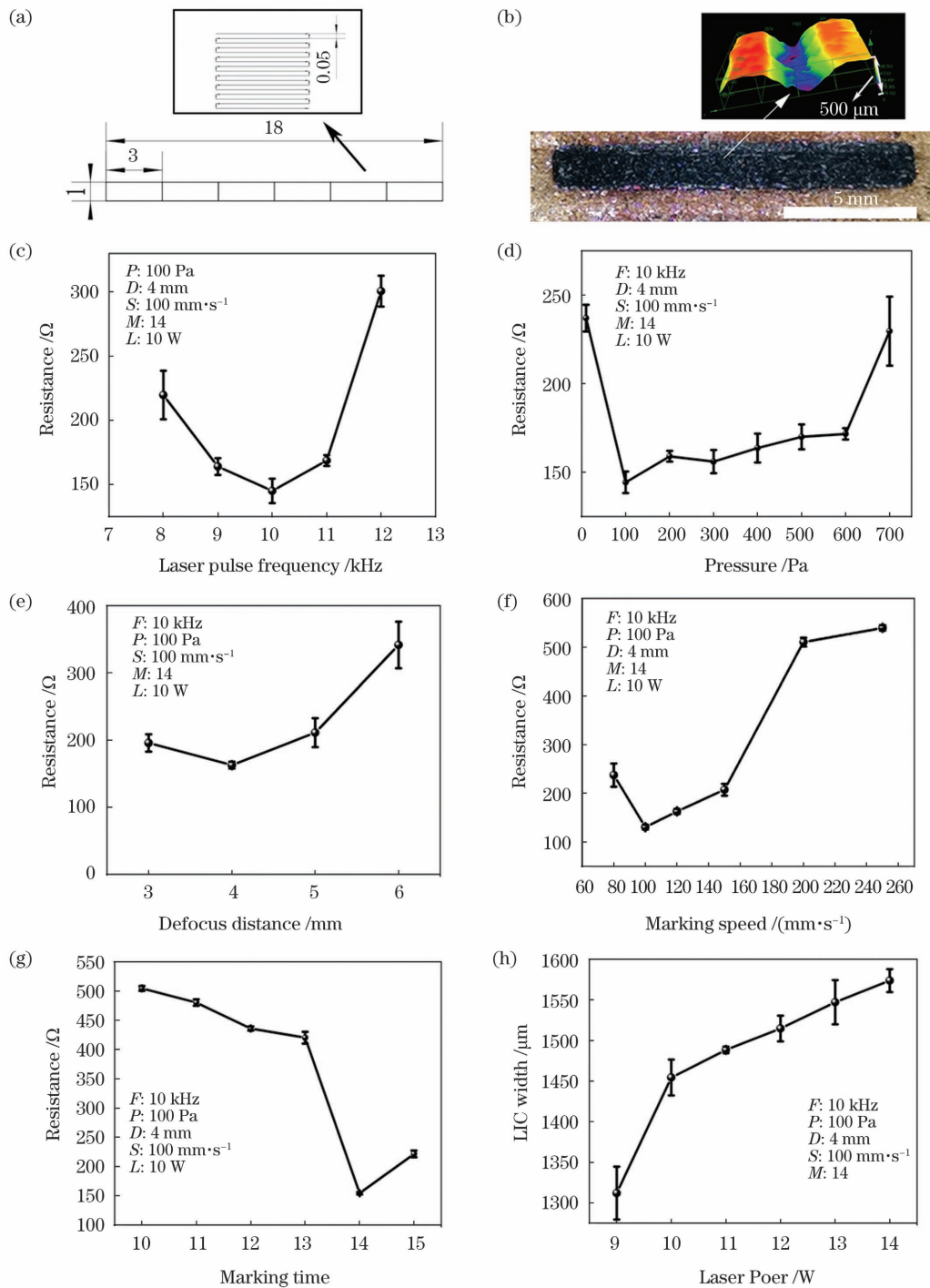


图 2 制备 LIG 的最优参数。(a)激光扫描的图案和路径(单位:mm);(b)在松木上激光标刻的图像,右上角为 3D 图像;(c)LIG 的电阻与激光脉冲频率的关系;(d)LIG 的电阻和真空腔压强的关系;(e)LIG 的电阻与离焦量的关系;(f)LIG 的电阻与标刻速度的关系;(g)LIG 的电阻和标刻次数的关系;(h)LIG 的宽度和激光功率

Fig. 2 Optimal parameters for preparing LIG. (a) Pattern and path of laser scan (unit: mm); (b) laser marked image on pine wood with 3D image shown in upper-right corner; (c) relationship between LIG resistance and laser pulse frequency; (d) relationship between LIG resistance and vacuum chamber pressure; (e) relationship between LIG resistance and defocus distance; (f) relationship between LIG resistance and marking speed; (g) relationship between LIG resistance and marking time; (h) relationship between LIG width and laser power

优标刻次数为 14。当标刻次数为 14、离焦量为 4 mm、标刻速度为 100 mm·s<sup>-1</sup>、激光功率为 9~

14 W 时, LIG 的宽度如图 2(h) 所示, 确定最优激光功率为 10 W。

最终确定最优加工参数为:激光频率 10 kHz, 真空度 100~600 Pa, 离焦量 4 mm, 激光功率 10 W, 标刻速度  $100 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ , 标刻次数 14, 且得到的 LIG 方块电阻为  $8 \Omega\cdot\text{sq}^{-1}$ 。影响 LIG 形成的因素包括激光脉冲频率、真空腔的压强、离焦量、激光功率、标刻速度和标刻次数。LIG 质量的优劣是影响电阻的关键因素, 在形成 LIG 的过程中, 起关键作用的是热效应, 而激光功率密度是影响热效应较为重要的因素。以下将分析激光的各个参数对激光功率密度以及被加工表面的热效应的影响。较小的离焦量和较高的激光功率会增加激光功率密度, 较小的标刻速度、较多的标刻次数、较大的真空腔压强以及较大的激光功率密度会增加松木的局部热效应。另外, 被加工表面的热效应过高会导致被加工部分发生刻蚀现象, 无法产生 LIG。因此, 只有在上述参数的最优值下才可以得到质量较好的 LIG 与较低的电阻值。

### 3.2 样品的表征与分析

为了得到 LIG 的微观形貌, 对最优参数下的 LIG 进行了 SEM 表征。如图 3(a)、(b) 所示, 激光标刻后的松木呈不规则纤维片状多孔结构, 纤维片

状结构的长度为  $300\sim 500 \mu\text{m}$ 。

对图 3(c) 所示的拉曼光谱进行分峰拟合, 2D 峰的出现表明了石墨烯的形成, 而得到的  $I_{\text{D}}/I_{\text{G}} = 1.27$ ,  $I_{2\text{D}}/I_{\text{G}} = 0.335$  ( $I_{\text{D}}$ 、 $I_{\text{G}}$ 、 $I_{2\text{D}}$  分别表示 D 峰、G 峰、2D 峰的强度) 表明了石墨烯的缺陷与层数较多, 证明实验所得的是一种含有石墨烯的多孔碳。

图 3(d) 所示为 LIG 与松木的红外光谱, 在松木的红外光谱曲线中,  $3436$ ,  $2923$ ,  $1372$ ,  $1437 \text{ cm}^{-1}$  处的吸收峰是木质素、纤维素与半纤维素叠加后的结果。在 LIG 的红外光谱曲线中, 在  $3436$ ,  $2923$ ,  $1630 \text{ cm}^{-1}$  处出现了较为明显的峰值, 与松木的红外光谱相比,  $3436$ ,  $2923$ ,  $1372$ ,  $1437 \text{ cm}^{-1}$  处的峰值强度减小, 表明木质素、纤维素与半纤维素的含量减少, 而  $1737 \text{ cm}^{-1}$  峰在 LIG 中消失不见, 表明在激光诱导的过程中, 木质素中的非共轭酮、羰基和脂中的  $\text{C}=\text{O}$  被分解。

综上所述, 在激光诱导石墨烯的过程中, 松木中的纤维素、半纤维素与木质素被大量分解, 其中一部分转化为石墨微晶与石墨烯, 此外激光诱导石墨烯中还含有无定形碳与其他杂质。

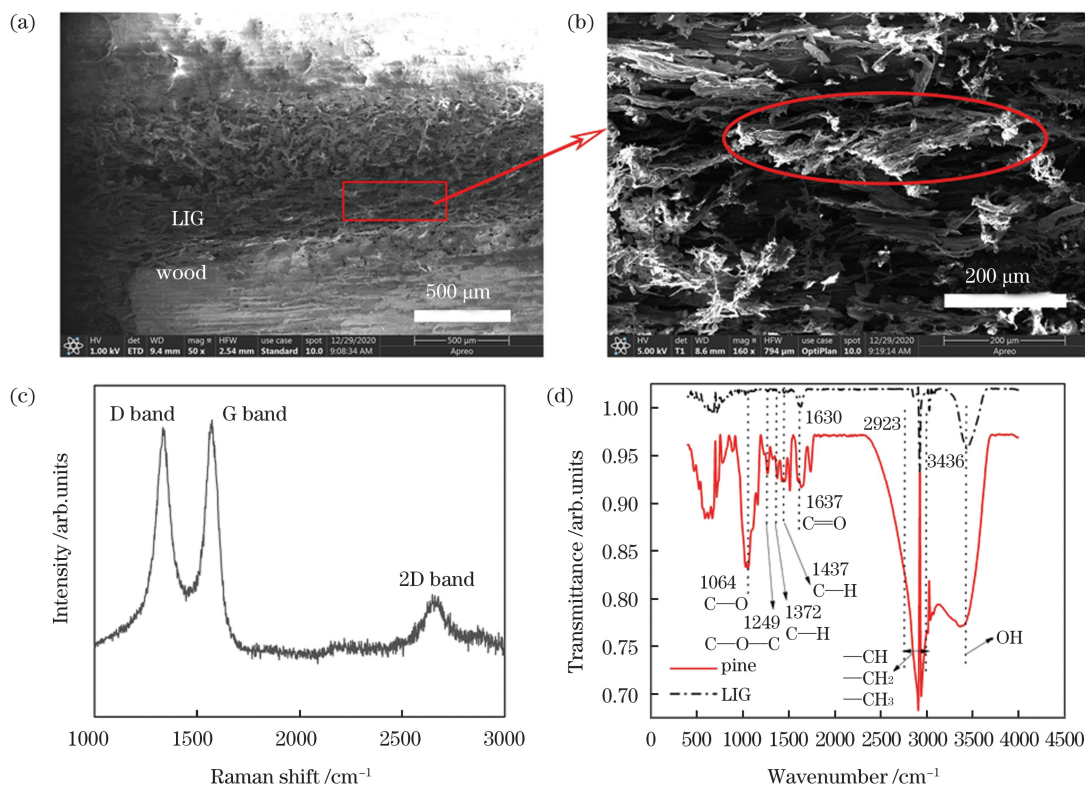


图 3 样品的表征。(a) 激光诱导石墨烯的 SEM 图(参数:  $F = 10 \text{ kHz}$ ,  $P = 100 \text{ Pa}$ ,  $D = 4 \text{ mm}$ ,  $S = 100 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $M = 14$ ,  $L = 10 \text{ W}$ ); (b) 图 3(a) 的局部放大; (c) 激光诱导石墨烯的拉曼光谱; (d) 激光诱导石墨烯与松木的红外光谱

Fig. 3 Characterization of sample. (a) SEM image of LIG (parameter:  $F = 10 \text{ kHz}$ ,  $P = 100 \text{ Pa}$ ,  $D = 4 \text{ mm}$ ,  $S = 100 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $M = 14$ , and  $L = 10 \text{ W}$ ); (b) local magnification of Fig. 3 (a); (c) Raman spectroscopy of LIG; (d) infrared spectra of LIG and pine wood

### 3.3 LIG 的传感性能

#### 3.3.1 压力传感器

基于 LIG 的多孔碳材料具有优秀的压力传感性能,据此制备了 LIG 压力传感器。本次设计的传感器为电阻式压力传感器,参考已有的电阻应变片结构[4(a)],根据激光加工线宽与木材尺寸设计应变片,加工结果如图 4(b)所示。压力传感器的测试

示意图如图 4(c)所示,采用最优参数在松木(尺寸为 130 mm×20 mm×5 mm)上加工应变栅,将铜线固定在 LIG 上,传感器固定于两个宽度均为 5 mm 的支座上,直径为 2 mm 的圆柱体被置于传感器中央,在放置砝码后记录电阻。LIG 压力传感器、LIG 电阻与应变适调器组成电桥,并与动态测试分析仪连接测试动态信号。

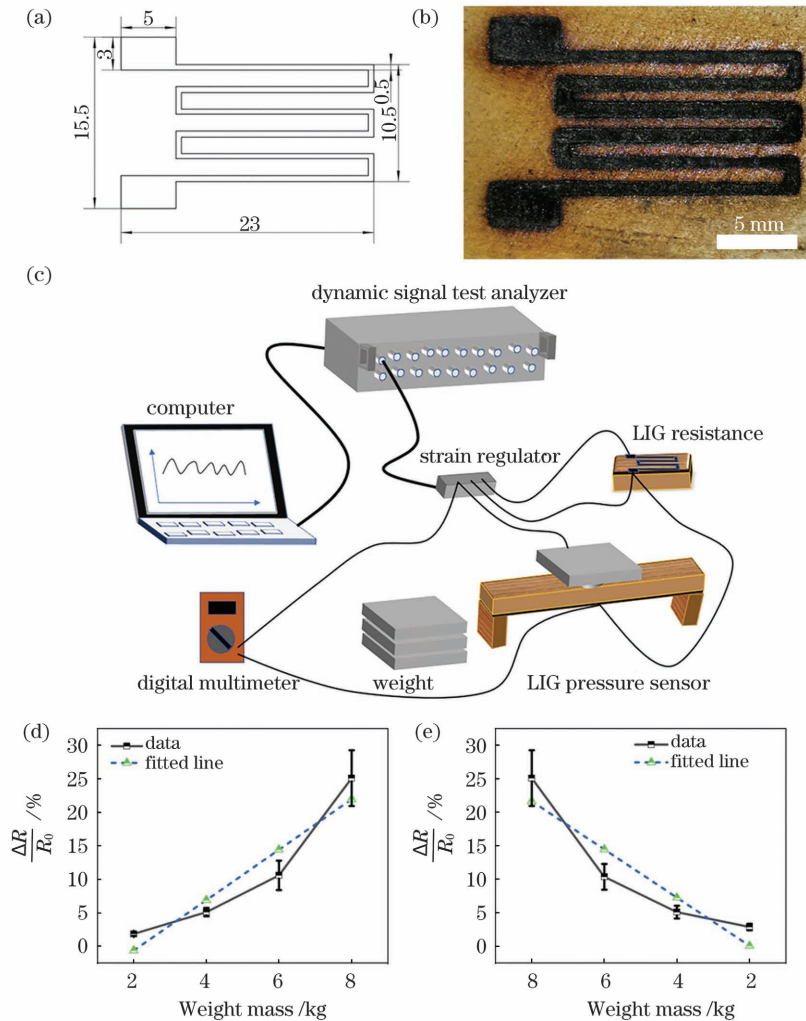


图 4 压力传感器的制作与测试。(a)电阻应变片的结构与尺寸参数;(b)实物照片(参数: $F = 10 \text{ kHz}$ ,  $P = 100 \text{ Pa}$ ,  $D = 4 \text{ mm}$ ,  $S = 100 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $M = 14$ ,  $L = 10 \text{ W}$ );(c)压力传感器的测试示意图;(d)传感器的电阻与加压关系;(e)传感器的电阻与降压关系

Fig. 4 Fabrication and test of pressure sensor. (a) Structure and size of resistance strain gauge; (b) physical map (parameter:  $F = 10 \text{ kHz}$ ,  $P = 100 \text{ Pa}$ ,  $D = 4 \text{ mm}$ ,  $S = 100 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ,  $M = 14$ , and  $L = 10 \text{ W}$ ); (c) schematic of pressure sensor test system; (d) relationship between sensor resistance and load; (e) relationship between sensor resistance and unloading

对初始电阻为 3.31 kΩ 的传感器进行重复加减砝码实验,如图 4(d)、(e)所示,其中  $\Delta R$  为电阻的变化量,  $R_0$  为初始电阻。结果显示,此传感器受到拉应力的作用后电阻变大,且每一周期的电阻变化较为稳定。

灵敏度系数( $K$ )、非线性误差( $\delta_L$ )、迟滞误差

( $\delta_H$ )、重复性误差( $\delta_R$ )、响应时间与恢复时间是传感器的重要参数。

灵敏度系数的计算公式为

$$K = \frac{\Delta R}{R_0} / \epsilon, \tag{1}$$

式中:  $\epsilon$  为应变。

非线性误差的计算公式为

$$\delta_L = \frac{\Delta L_{\max}}{Y_{FS}} \times 100\%, \quad (2)$$

式中:  $\Delta L_{\max}$  为校准曲线与工作直线的最大偏差;  $Y_{FS}$  为传感器的满量程输出。

迟滞误差的计算公式为

$$\delta_H = \frac{\Delta H_{\max}}{Y_{FS}} \times 100\%, \quad (3)$$

式中:  $\Delta H_{\max}$  为正、反行程校准曲线间的最大差值。

重复性误差的计算公式为

$$\delta_R = \frac{t_{0.95} S_{\max}}{Y_{FS}} \times 100\%, \quad (4)$$

式中:  $t_{0.95}$  为置信度为 95% 的  $t$  分布因子;  $S_{\max}$  为各校准点子样标准偏差的最大值。

结合实验数据[图 4(d)、(e)], 计算得到非线性误差为 15%, 迟滞误差为 0.06%。如图 5(a)所示, 传感器的响应时间与恢复时间均为 1 s。图 5(b)为重复加 2 kg 砝码 300 次动态响应图, 可以看到, 压力传感器具有一定的稳定性和重复使用性。结合实验数据[图 5(c)], 计算得到重复性误差为 0.31%。

基于 LIG 的多孔碳材料具有压力传感性能, 由图 3(b)可以看出, 激光标刻后的松木呈不规则纤维片状多孔结构, 其中由大量接触点形成的导电回路在受到压力作用时, 部分接触点发生分离, 导致电阻增大。压力越大, 分离的接触点越多, 电阻就会越大。在压力撤去后, 接触点又重新相互接触, 压力传感器的电阻又恢复至初始状态。

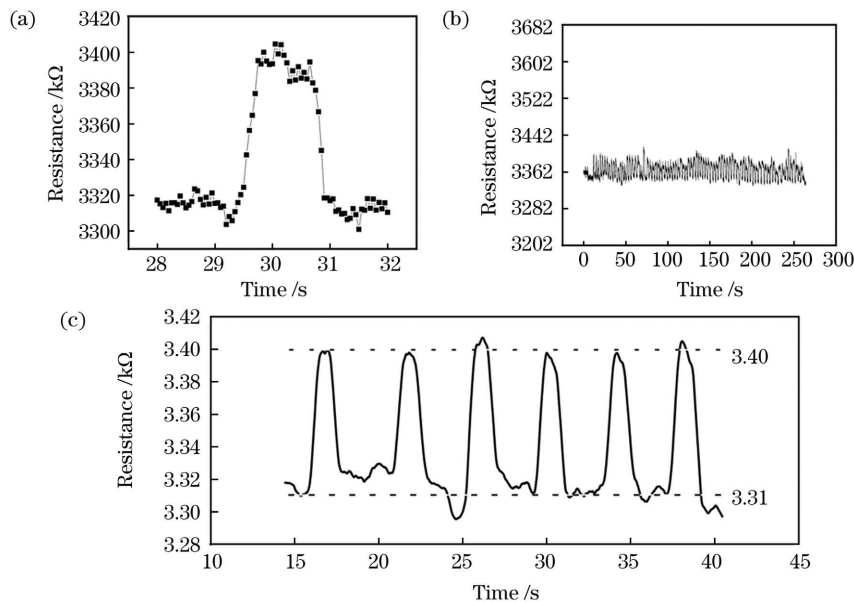


图 5 压力传感器的动态测试。(a) 单个响应过程; (b) 300 次重复加压测试; (c) 电阻在多个周期压力下的变化

Fig. 5 Dynamic test of pressure sensor. (a) Single response process; (b) 300 repetitive stress tests; (c) change of resistance under multiple cycle pressures

综上所述, 本次制作的压力传感器的灵敏度系数为 86.53, 非线性误差为 15%, 迟滞误差为 0.06%, 重复性误差为 0.31%, 响应时间与恢复时间均为 1 s。高灵敏度、较小的误差与较快的响应速度使其具有优秀的压力传感性能。

### 3.3.2 温度传感器

基于 LIG 的多孔碳材料具有优秀的温度传感性能, 据此制备了 LIG 温度传感器。传感器测试如下。将传感器放入恒温恒湿试验箱中, 如图 6(a)所示, 将 LIG 温度传感器置于温控箱中并控制其温度变化, 且保证相对湿度(RH)为 20%, 待传感器电阻稳定后, 记录电阻。

如图 6(b)所示, 应变片的电阻变化率随温度的

变化呈线性, 下面将计算电阻的温度系数。

在计算前, 先考虑松木的线膨胀对其电阻的影响, 松木的线膨胀系数为  $3.39 \times 10^{-6}$ , 将其代入 ANSYS 软件中, 得到相应的应变变化, 在未升温时平均应变为 0.002982[图 6(c)], 升温后平均应变为 0.002985[图 6(d)], 根据压力传感器的灵敏度公式, 可得线膨胀所引起的电阻变化为  $0.93 \Omega$ 。温度变化引起电阻由  $3750 \Omega$  变化至  $3430 \Omega$ , 变化电阻为  $320 \Omega$ , 相比之下, 由线膨胀所引起的电阻变化可忽略不计, 计算得到电阻的温度系数为  $-0.101\%$ 。

基于 LIG 的多孔碳材料具有温度传感性能, LIG 中起导电作用的主要是石墨微晶与石墨烯。石墨微晶的体积随温度的增大而增大, 石墨微晶之间

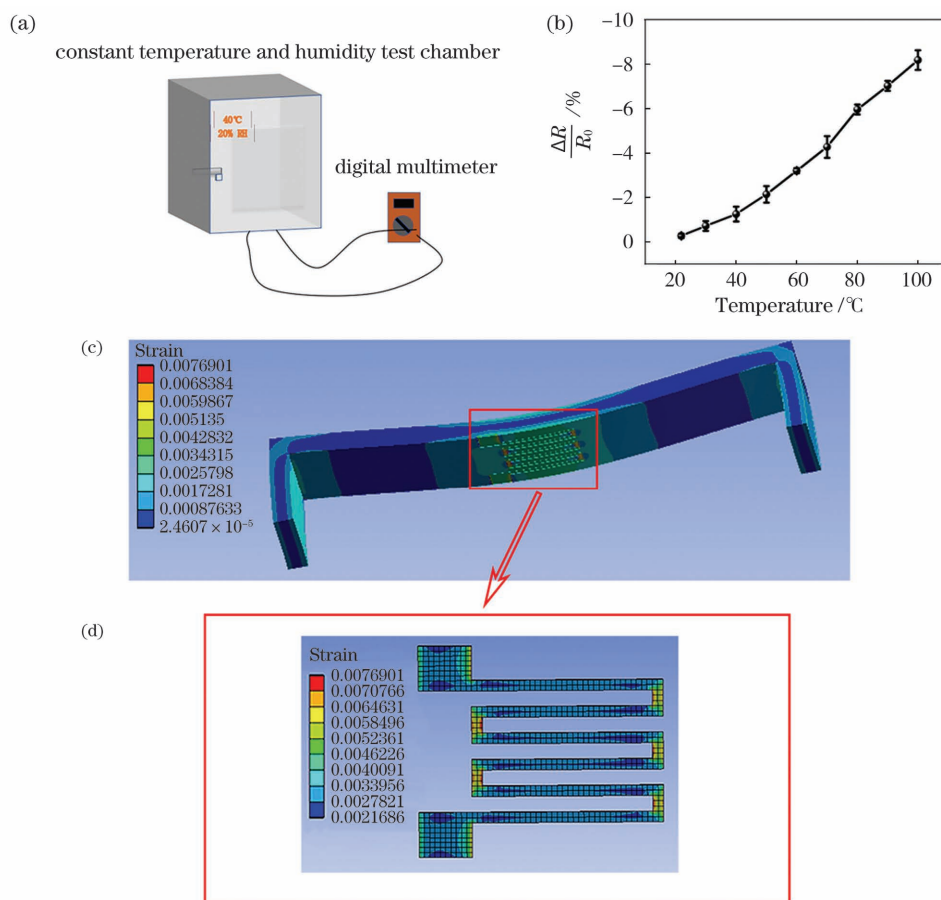


图 6 温度传感器的制作与测试。(a)温度传感器测试系统示意图;(b)电阻与温度的关系(参数: $F=10\text{ kHz}$ , $P=100\text{ Pa}$ , $D=4\text{ mm}$ , $S=100\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ , $M=14$ , $L=10\text{ W}$ );(c)传感器整体的应变分析;(d)加载 8 kg 砝码且升温  $100\text{ }^\circ\text{C}$  时应变片的应变

Fig. 6 Fabrication and test of temperature sensor. (a) Schematic of temperature sensor test system; (b) relationship between resistance and temperature (parameter:  $F=10\text{ kHz}$ ,  $P=100\text{ Pa}$ ,  $D=4\text{ mm}$ ,  $S=100\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $M=14$ , and  $L=10\text{ W}$ ); (c) overall strain analysis of sensor; (d) strain of strain gauge when loading 8 kg and heating  $100\text{ }^\circ\text{C}$

的接触因体积的增大而变得越来越好,而一般石墨晶体在  $500\text{ }^\circ\text{C}$  以下时接触质量对它的电阻起关键作用,接触越好,电阻值越小,所以升温后其电阻显著减小。

对于温度与压力传感器,在制备过程中,我们最后会给 LIG 表面覆盖一层 PDMS 薄膜以隔绝环境中的湿度对传感器的影响,即对于温度传感器,我们仅考虑在生活中的应用,其环境温度的变化速率没有测试时的大,根据传感器的温度传感理论,本次设计的温度传感器具有长期的重复使用性与稳定性。

### 3.3.3 集成压力与温度传感器

集成压力与温度传感器模型与实物分别如图 7(a)、(b)所示。

将图 7(c)所示的集成传感器放入恒温恒湿试验箱中,设置试验箱中的温度由  $20\text{ }^\circ\text{C}$  上升至  $100\text{ }^\circ\text{C}$ ,保持相对湿度为 20%,在温度上升过程中,同时加  $2\sim 8\text{ kg}$  砝码,测得压力传感器的电阻变化

[图 7(d)中的平面]与温度传感器的电阻变化[图 7(d)中的黑色圆点]。在实际使用过程中,温度传感器与压力传感器均会受到外界环境温度的影响,而压力传感器除此之外还会受到压力信号的影响。所以在读取当前环境中的压力与温度信号时,需要先读取当前环境的温度,得到温度值后,再经过对比数据图或者通过计算,得到传感器当前的压力值。

## 4 结 论

利用激光在木材上快速制备了多孔碳,基于此制备了 LIG 集成压力与温度传感器,并测试了它们的性能。采用中心波长为  $1070\text{ nm}$  的光纤激光器,在频率为  $10\text{ kHz}$ 、功率为  $10\text{ W}$ 、真空度为  $100\text{ Pa}$ 、离焦量为  $4\text{ mm}$ 、标刻速度为  $100\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ 、标刻次数为 14 的条件下,得到了最优样品,其方块电阻为  $8\text{ }\Omega\cdot\text{sq}^{-1}$ 。通过 SEM 图、拉曼光谱和红外光谱得到

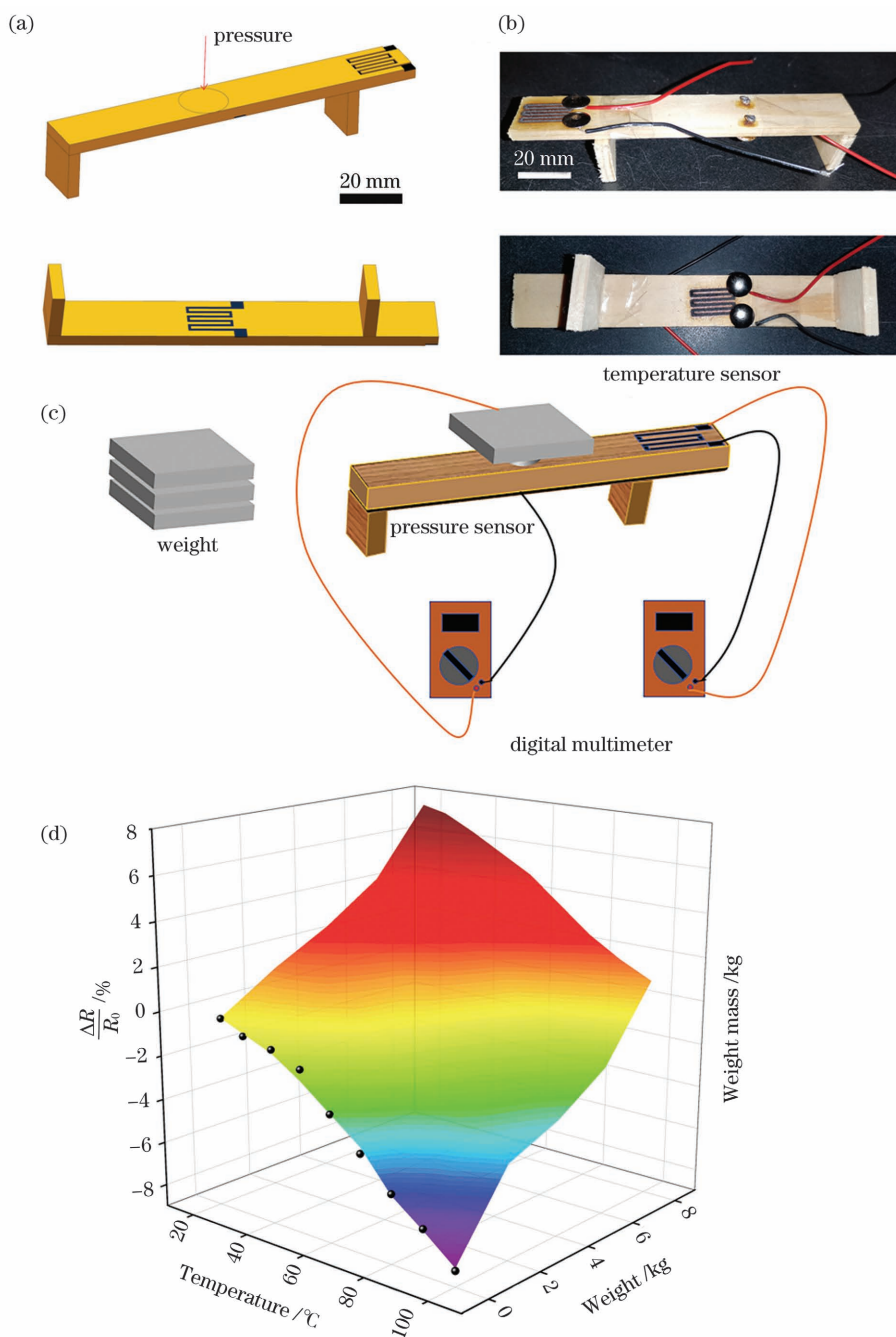


图 7 集成压力与温度传感器的制作与测试。(a)模型;(b)实物(参数: $F=10\text{ kHz}$ , $P=100\text{ Pa}$ , $D=4\text{ mm}$ , $S=100\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ , $M=14$ , $L=10\text{ W}$ );(c)测试示意图;(d)压力(曲面)与温度(黑色圆点)测试结果

Fig. 7 Fabrication and test of integrated pressure and temperature sensor. (a) Model; (b) physical map (parameter:  $F=10\text{ kHz}$ ,  $P=100\text{ Pa}$ ,  $D=4\text{ mm}$ ,  $S=100\text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $M=14$ , and  $L=10\text{ W}$ ); (c) schematic of test system; (d) test results of pressure (curved surface) and temperature(black dots)

了 LIG 的结构与成型机理,并制作了 LIG 压力传感器与温度传感器,测得压力传感器的灵敏度可达 86.53,迟滞误差为 0.06%,非线性误差为 15%,重复性误差为 0.31%,响应时间与恢复时间均为 1 s,温度传感器的电阻温度系数为  $-0.101\%$ 。分析了 LIG 压力传感器与温度传感器的传感机理,最后制作了 LIG 集成压力与温度传感器。以上基于木材

制备的 LIG 传感器具有优良的传感性能,且可降解,有明显的商业优势与研究前景,在木制建筑与家具方面具有重要的应用。

#### 参 考 文 献

- [1] Rautela R, Arya S, Vishwakarma S, et al. E-waste management and its effects on the environment and



- human health[J]. *Science of the Total Environment*, 2021, 773: 145623.
- [2] Lee C, Wei X, Kysar J W, et al. Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene[J]. *Science*, 2008, 321(5887): 385-388.
- [3] Peng Z W, Ye R Q, Mann J A, et al. Flexible boron-doped laser-induced graphene microsupercapacitors[J]. *ACS Nano*, 2015, 9(6): 5868-5875.
- [4] Han D D, Cai Q, Li J C, et al. Preparation of laser induced graphene based underwater superoleophobic bionic surface[J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2020, 57(15): 151408.  
韩冬冬, 蔡青, 李纪超, 等. 激光诱导石墨烯水下超疏油仿生表面的制备[J]. *激光与光电子学进展*, 2020, 57(15): 151408.
- [5] Bai C C, Zhang J H, Gao C, et al. Planar micro-supercapacitor based on laser processing[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2021, 48(2): 0202013.  
白聪聪, 张峻豪, 高畅, 等. 基于激光加工的平面型微型超级电容器[J]. *中国激光*, 2021, 48(2): 0202013.
- [6] Li C, Yang L J, Ren X Z, et al. Femtosecond laser-induced non-centrosymmetric surface microstructures on bulk metallic glass for unidirectional droplet micro-displacement [J]. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2020, 53(10): 105305.
- [7] Yu Y C, Joshi P C, Wu J, et al. Laser-induced carbon-based smart flexible sensor array for multiflavors detection[J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2018, 10(40): 34005-34012.
- [8] Tian M Y, Zuo P, Liang M S, et al. Femtosecond laser processing of low-dimensional nanomaterials and its application[J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2021, 48(2): 0202004.  
田梦瑶, 左佩, 梁密生, 等. 飞秒激光加工低维纳米材料及应用[J]. *中国激光*, 2021, 48(2): 0202004.
- [9] Trusovas R, Ratautas K, Račiukaitis G, et al. Graphene layer formation in pinewood by nanosecond and picosecond laser irradiation[J]. *Applied Surface Science*, 2019, 471: 154-161.
- [10] Liu W, Huang Y H, Peng Y D, et al. Stable wearable strain sensors on textiles by direct laser writing of graphene [J]. *ACS Applied Nano Materials*, 2020, 3(1): 283-293.
- [11] Stanford M G, Zhang C, Fowlkes J D, et al. High-resolution laser-induced graphene. flexible electronics beyond the visible limit[J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2020, 12(9): 10902-10907.
- [12] Nag A, Mukhopadhyay S C. Fabrication and implementation of printed sensors for taste sensing applications[J]. *Sensors and Actuators A: Physical*, 2018, 269: 53-61.
- [13] Cheng C, Wang S, Wu J, et al. Bisphenol a sensors on polyimide fabricated by laser direct writing for onsite river water monitoring at attomolar concentration [J]. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2016, 8(28): 17784-17792.
- [14] Zhu Y S. Design, fabrication and modeling of graphene epidermal pressure sensor [D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2018.  
朱芸松. 基于石墨烯的表皮压力传感器的设计、制备与建模[D]. 合肥: 中国科学技术大学, 2018.
- [15] Chyan Y, Ye R, Li Y L, et al. Laser-induced graphene by multiple lasing: toward electronics on cloth, paper, and food[J]. *ACS Nano*, 2018, 12(3): 2176-2183.
- [16] Ye R Q, Chyan Y, Zhang J B, et al. Laser-induced graphene formation on wood [J]. *Advanced Materials*, 2017, 29(37): 1702211.
- [17] Le T S D, Park S, An J N, et al. Ultrafast laser pulses enable one-step graphene patterning on woods and leaves for green electronics [J]. *Advanced Functional Materials*, 2019, 29(33): 1902771.
- [18] Li F C, Kong Z, Wu J H, et al. Advances in flexible piezoresistive pressure sensor [J]. *Acta Physica Sinica*, 2021, 70(10): 100703.  
李凤超, 孔振, 吴锦华, 等. 柔性压阻式压力传感器的研究进展[J]. *物理学报*, 2021, 70(10): 100703.
- [19] Shao C X, Zhao Y, Chen N, et al. Application of laser micro-nano-fabrication in sensing field [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2021, 48(2): 0202014.  
邵长香, 赵扬, 陈南, 等. 激光微纳制造在传感领域中的应用[J]. *中国激光*, 2021, 48(2): 0202014.
- [20] Zhang H Q, Sun L X, Yang Y Z, et al. Graphene-based optical biosensor using functionalized magnetic nanoparticles[J]. *Acta Optica Sinica*, 2020, 40(11): 1117001.  
张慧琴, 孙立勋, 杨艺哲, 等. 一种基于功能化修饰磁性纳米颗粒的石墨烯基光学生物传感器[J]. *光学学报*, 2020, 40(11): 1117001.
- [21] Meng L, Lan X Q, Zhao J, et al. Failure analysis of bio-inspired corrugated sandwich structures fabricated by laser powder bed fusion under three-point bending [J]. *Composite Structures*, 2021, 263: 113724.
- [22] Mentrasti L, Molari L, Fabiani M. Poisson's ratio bounds in orthotropic materials. Application to natural composites: wood, bamboo and *Arundo donax*[J]. *Composites Part B: Engineering*, 2021, 209: 108612.
- [23] Autengruber M, Lukacevic M, Gröstlinger C, et al. Finite-element-based prediction of moisture-induced

crack patterns for cross sections of solid wood and glued laminated timber exposed to a realistic climate

condition[J]. *Construction and Building Materials*, 2021, 271: 121775.

## Integrated Sensor Based on Laser-Induced Graphene on Wood

Li Chen<sup>1\*</sup>, Yang Yanwei<sup>1</sup>, Xia Tian<sup>1</sup>, Ye Xiaohui<sup>2</sup>, Cheng Guanghua<sup>3</sup>

<sup>1</sup> *School of Mechanical and Electrical Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an, Shaanxi 710021, China;*

<sup>2</sup> *School of Material Science and Engineering, Shaanxi University of Science & Technology, Xi'an, Shaanxi 710021, China;*

<sup>3</sup> *School of Electronics and Information, Northwestern Polytechnical University, Xi'an, Shaanxi 710072, China*

### Abstract

**Objective** Environmental protection and sustainable development have gradually become important, but the development inevitably brings some harmful waste, such as more and more discarded electronic products. These products contain a lot of heavy metals, which are difficult to recycle and become non-degradable, and it must be more expensive to recycle them. Measuring strain on wood generally requires an indirect measurement by pasting a metal foil gauge on its surface. This method not only has the transmission error caused by pasting, but also has the disadvantages of high cost, being difficult to recycle, and being non-degradable. Generally speaking, special instruments such as thermocouple thermometers and far-infrared thermometers are needed to measure the surface temperature, and the measurement cost is generally higher. At the same time, there are often multiple signal detection requirements in daily life, and thus the preparation of multifunctional sensors is of great significance. In this research, an integrated pressure and temperature sensor based on the laser-induced graphene (LIG) technology on wood is proposed, which can detect pressure and temperature signals at the same time and is a degradable green sensor.

**Methods** Pine wood is chosen as the raw material for the experiment. The dried *Pinus sylvestris* wood strips are put into the vacuum chamber, and the vacuum degree in the vacuum chamber is controlled. The electronic pattern on the pine wood is processed by a fiber laser and a laser galvanometer controlled by software, and the electronic pattern is pre-designed through scanning mirror software. The defocus distance, vacuum chamber pressure, laser power, scanning speed, marking time, and laser frequency are controlled to explore the optimal parameters for preparing LIG. The scanning electron microscope (SEM), Raman spectroscopy, and infrared spectra are used to analyze the surface morphologies and chemical compositions of the samples. After the pressure and temperature sensors are successfully prepared, a constant temperature and humidity test box is used to create the constant temperature and humidity environment, and a digital multimeter and a dynamic test analyzer are used to test the performance of the pressure and temperature sensors. Finally, an integrated pressure and temperature sensor is made and its performance is tested.

**Results and Discussions** The prepared LIG has good electrical conductivity, and its sheet resistance is  $8 \Omega \cdot \text{sq}^{-1}$ . The thermal effect plays a key role in the formation of LIG, and the laser power density is an important factor influencing the thermal effect. With the decrease of defocus distance and the increase of laser power, the laser power density increases. With the decrease of the scanning speed and the increase of the marking time, the vacuum pressure, and the laser power density, the regional thermal effect of pine wood increases, which affects the preparation of LIG. It can be seen from the infrared spectra that in the process of laser processing, a large amount of cellulose, hemicellulose and lignin in pine are decomposed, some of which are converted into graphite microcrystals and graphene, in addition to amorphous carbon and some impurities. Some irregular porous materials are found by SEM (Fig. 3). After the fabrication of a pressure sensor with a sensitivity coefficient of 86.53 and a temperature sensor with a temperature coefficient of resistance of  $-0.101\%$  based on LIG, the sensitivity, hysteresis error, nonlinear error, repeatability error, response time, recovery time, and resistance temperature coefficient are tested and calculated (Figs. 4–6), and finally the performance of the integrated sensor is tested (Fig. 7).

**Conclusions** We propose a method to rapidly prepare LIG-based sensors on wood using laser. The integrated pressure and temperature sensor is prepared and its performance is tested. The optimal sample is obtained by using a fiber laser with a wavelength of 1070 nm, a laser pulse frequency of 10 kHz, a laser power of 10 W, the vacuum chamber pressure of 100 Pa, a defocus distance of 4 mm, a scanning speed of  $100 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ , and marking time of 14. Its sheet resistance is  $8 \Omega \cdot \text{sq}^{-1}$ . The structure and forming mechanism of laser-induced graphene are obtained by SEM, Raman spectroscopy, and infrared spectra. The porous carbon pressure sensor and temperature sensor are fabricated. The sensitivity of the pressure sensor can reach 86.53. The hysteresis error is 0.06%. The non-linear error is 15%. The repeatability error is 0.31%. The response time and recovery time are both 1 s. The temperature coefficient of resistance of the temperature sensor is  $-0.101\%$ . The sensing mechanisms of the LIG-based porous carbon pressure sensor and the temperature sensor are analyzed. Finally the integrated pressure and temperature sensor is made. The above LIG-based sensors have excellent sensing performances and are degradable. They have obvious commercial advantages and research prospects in current non-degradable electronic products that pollute the environment and have important applications in wooden construction and furniture.

**Key words** laser technique; laser induced graphene; pressure sensor; temperature sensor; green electronics; wood