

基于光纤光栅的液-固相变监测

竺 绩 Later Khalil 张建中 孙伟民 苑立波

(哈尔滨工程大学理学院, 黑龙江 哈尔滨 150001)

摘要 提出并证明了利用光纤布拉格光栅(FBG)传感器对水变冰的液-固相变过程进行实时监测的可行性,并观测到了该相变过程中的过度冷却现象。在此基础上,展示了基于FBG传感器监测的不同浓度NaCl溶液相变信号,结果显示出了溶液浓度与FBG的相变信号之间的相关性。这种相关性有望提供一种溶液浓度测试新方案。

关键词 光纤光学;光纤光栅;固液相变;过冷现象;光纤传感

中图分类号 O436 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/LOP49.010601

Liquid-Solid Phase Transition Monitoring Based on FBG

Zhu Ji Later Khalil Zhang Jianzhong Sun Weimin Yuan Libo

(College of Science, Harbin Engineering University, Harbin, Heilongjiang 150001, China)

Abstract We propose and prove the feasibility that the liquid-solid phase transition of water can be monitored based on FBG sensor. The supercooling phenomenon is observed during the phase transition process. On this basis, we show the phase transition signals of different concentrations of NaCl solution based on FBG sensor monitoring. The results show the correlation between the concentrations and the phase transition signals. This correlation is expected to provide a new scheme of solution concentration testing.

Key words fiber optics; fiber Bragg grating; solid-liquid phase transition; supercooling phenomenon; optical fiber sensing

OCIS codes 060.3735; 060.2430; 060.2300; 010.2940

1 引言

自光纤布拉格光栅(FBG)用于传感以来,光纤光栅在传感领域的理论和应用研究引起了人们的极大兴趣。光纤光栅是波长编码传感器,与传统的光强型和干涉型光纤传感器相比,具有自身独特的优点,与光源强度、光源起伏、光纤弯曲损耗、光纤连接损耗、光波偏振态无关,因此它具有很强的抗干扰能力。FBG传感器可以测量温度、应力、应变等多种物理量且具有极高的灵敏度,并综合了感知和传输双重功能,因此作为传感单元是最有效的。目前光纤光栅在土木工程结构监测、石油石化安全监测和航空航天安全监测等领域得到了较好的应用^[1,2]。

相变过程是自然界一种普遍的现象,固液相变是常见的一级相变过程。例如,在1个标准大气压(1.01×10^5 Pa)、0℃的情况下,冰与水之间的转换就属于一级相变。过冷现象是指液体结晶时实际结晶温度低于理论结晶温度的现象。在一定压力下,当液体的温度已低于该压力下液体的凝固点,而液体仍然不凝固的现象称为液体的过冷现象。过冷却水蓄冷技术主要是利用水的过冷现象进行动态制冰。近年来,日本等一些发达国家对过冷却水蓄冷系统进行了大量的研究工作,也有工程应用实例,但目前该项技术并未完全成熟,仍无法与传统的静态制冰竞争。此外,随着动态水制冰技术的不断发展,冰蓄冷空调也逐渐得到了推广使用^[3]。因此,有效地监测固液一级相变显得意义非凡。传统的固液一级相变监测利用电学方法、散射方法以及光学方法,其中光学方法是通过观测相变过程正折射率变化情况来实现的。本文开展了利用FBG传

收稿日期: 2011-07-15; **收到修改稿日期**: 2011-09-05; **网络出版日期**: 2011-11-11

基金项目: 国家自然科学基金(60907034, 61077063)、黑龙江省自然科学基金(LC08C02)、哈尔滨留学回国基金(2011RFLXG004)和哈尔滨工程大学高层次创新人才国际交流项目资助课题。

作者简介: 竺 绩(1986—),男,硕士研究生,主要从事光纤传感器方面的研究。E-mail: zhuji@hrbeu.edu.cn

导师简介: 张建中(1978—),男,博士,教授,主要从事光纤器件及光纤智能结构等方面的研究。

E-mail: zhangjianzhong@hrbeu.edu.cn

感器实现固液相变过程监测的研究。文中展示了对水-冰相变这一最为常见的一级相变的实时监测结果,包括观测到的相变过程中的过冷现象。在此监测基础上,提出利用光纤光栅对相变的响应作为一种新型的传感方案,用于实现液体浓度判别。通过对不同浓度 NaCl 溶液的液固相变进行监测,证明了该方案的可行性。

2 传感原理与实验

FBG 是最普遍的一种光纤光栅,它是通过改变光纤芯区折射率,产生小的周期性调制而形成的。当宽带光波在光栅中传输时,特定波长入射光将被反射回来,满足 $\lambda_B = 2n_{\text{eff}}\Lambda$, 其中 n_{eff} 为光栅的有效折射率, Λ 为光栅周期, λ_B 为反射中心波长。FBG 波长的变化由其有效折射率和光栅周期决定,任何使这两个参量发生改变的物理过程都将引起 FBG 中心波长的漂移。在所有引起 FBG 中心波长漂移的外界因素中,最直接的是应变和温度参量。当 FBG 被封装或是与被测物质隔离时,就杜绝了外界应力对光栅的影响。当温度发生变化时,光纤材料的热光效应会引起光纤纤芯有效折射率的变化,光纤材料的热膨胀效应会引起光栅周期的变化。由于热光效应对光栅的影响远远大于热膨胀效应的影响,所以中心波长的漂移量 $\Delta\lambda_B$ 可以表示成 $\Delta\lambda_B = \lambda_B \zeta \cdot \Delta T$, 其中 ζ 为热光系数,可见温度改变引起的反射中心波长的漂移,主要是由温度变化导致的有效折射率的改变引起的^[4~6]。

为了对水变冰的液-固相变过程进行实时监测,进行了相关实验测试,实验装置如图 1 所示。实验中,将经过封装的中心波长为 1535.0 nm 的光纤光栅与中心波长为 1558.50 nm 的裸光栅分别放入装有等量蒸馏水的两支试管中,并将其固定在同一深度。调整低温箱的温度分别置于不同温度下 ($-5\text{ }^\circ\text{C}$, $-15\text{ }^\circ\text{C}$,

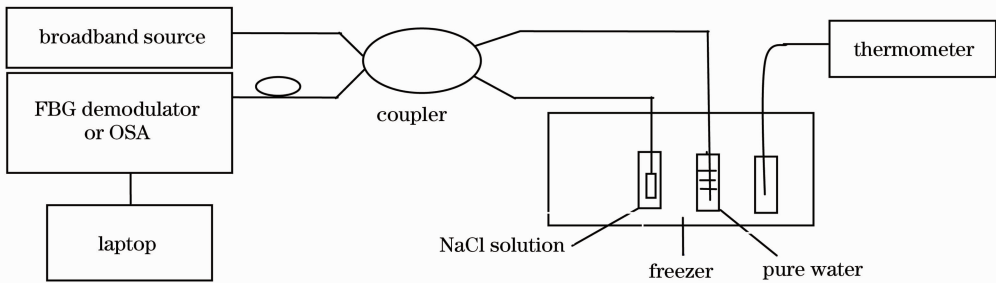


图 1 实验装置图

Fig. 1 Experimental setup

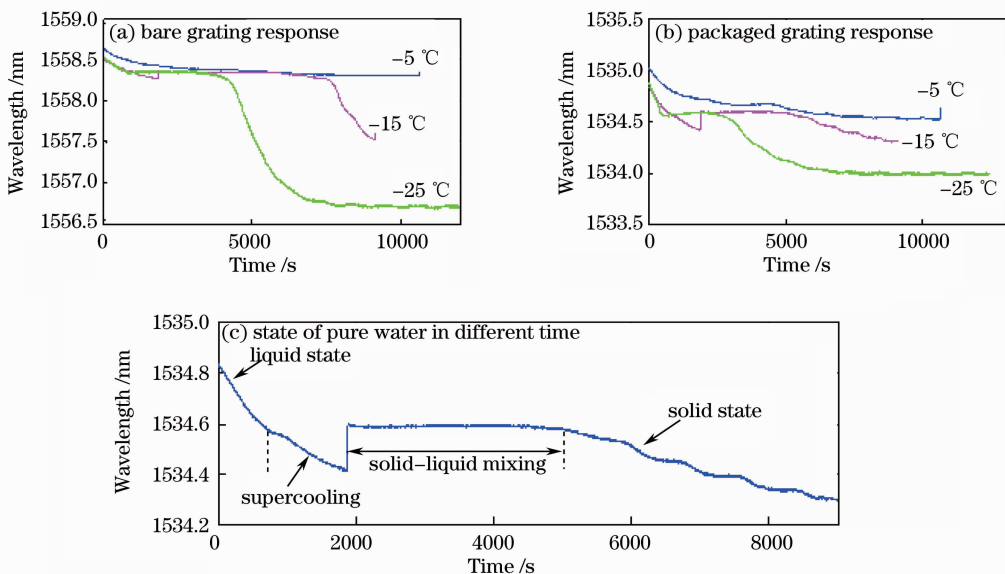


图 2 两种光栅的对比情况

Fig. 2 Comparison between the two gratings

-20 ℃), 观测液-固相变过程, 采集光纤光栅中心波长变化情况, 结果如图 2(a), (b) 所示。

通过对比, 发现无论是带有封装结构的光栅还是裸光栅, 都能明显地看到温度的跳变过程, 也就是晶体的“过度冷却”现象。相比较而言, 带封装的光栅的测量灵敏度更高一些, 原因是带封装的光栅避免了来自于冰结构的应力和其他因素的外界干扰^[7]。因此, 我们优先选择带封装的光栅作为传感方案。图 2(c) 说明了蒸馏水在凝固的过程中, 依次要经过液态、超冷状态、固液共存状态以及固态 4 个阶段。在此过程中, 首先水的温度由常温开始降到 0 ℃ 左右, 此时水处于液态。之后水的温度会继续降低到 0 ℃ 以下, 成为过冷水, 水的冻结曲线显示, 过冷期会持续一段时间。在这段时间内, 核胚逐渐形成, 然后慢慢变大, 达到晶核的临界尺寸, 当过冷水中出现尺寸大于临界尺寸的冰核时, 结冰过程开始, 此时处于固液混合状态。然后, 温度继续下降, 过冷水会在冰核周围逐渐结晶, 最终成为宏观意义上的冰^[8]。各部分状态及所用时间如图 2(c) 所示。

在实验中, 另取两支中心波长分别为 1540 nm 以及 1545 nm 的 FBG, 并将中心波长为 1540 nm 的光栅进行封装, 实验方案与上述类似。将两种光栅分别插入装有等量蒸馏水的试管中, 并放入低温箱中, 待液体结冰后取出光栅, 测得此时液体的温度为 -5 ℃, 立刻用宽谱光源和光谱分析仪测试其光谱。然后将其放置在室温环境中, 约 30 min 后, 待冰全部融化, 再次测试光谱, 此时液体的温度为 2.9 ℃, 其中裸光栅光谱的变化情况如图 3 所示。

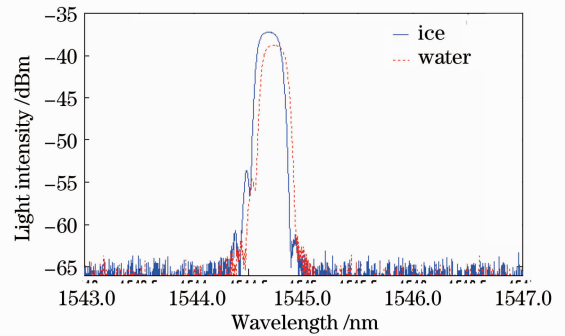


图 3 固-液相变过程中裸光栅光谱的变化情况

Fig. 3 Spectrum changes of bare grating in solid-liquid phase change process

实验结果表明: 在蒸馏水的相变过程中, 裸光栅的中心波长漂移了约 0.044 nm, 而带封装的光栅漂移了约 0.068 nm。对于纯石英光纤来说, 热光系数 $\zeta = 6.67 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, 热膨胀系数 $\alpha = 0.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ 。由公式 $\Delta\lambda_B = \lambda_B(\alpha + \zeta)\Delta T$, 可理论计算出两种光栅的温度灵敏度差约为 0.04 pm/℃。在温度变化 $\Delta T = 7.9 \text{ ℃}$ 的过程中, 两种光栅漂移的波长差 $\Delta\lambda = 0.316 \text{ pm}$, 而实验中得到的两种光栅漂移的波长差 $\Delta\lambda = 24 \text{ pm}$, 远远大于理论值。这是由于液体在结冰过程中体积膨胀, 使裸光栅的周期改变所致, 该数据可以有效地反映出冰晶内部比较复杂的应力作用。

接下来利用 FBG 实验测试了不同浓度的 NaCl 溶液的相变情况。实验中采用的是纯净的 NaCl 溶液, 分别配制了质量分数为 10%, 15% 和 20% 的 3 种溶液。为了便于比较, 每次测量时都用等量的蒸馏水进行对比。取中心波长分别为 1535, 1539 nm 的两种光栅, 将中心波长为 1539 nm 的光栅封装。将光栅放入到等量的水和 NaCl 溶液中, 然后置于低温环境, 依次对三种不同浓度的 NaCl 溶液进行测试, 得到的测试结果如图 4(a) 所示。从图中曲线可以发现, 对于不同浓度的 NaCl 溶液, 反射波长差的最小值有着明显的变化特征, 即波长差的最小值随着浓度的增大而减小。浓度与波长差的最小值之间的关系如图 4(b) 所示, 线性拟合结果说明, 浓度传感的响应度约为 -11.3 pm。另外, 采用做差比较法, 即将每次实验溶液中采集到的实验数据与蒸馏水中采集到的实验数据做差比较, 并将得到的结果绘成如图 4(c) 所示的曲线, 发现这三种浓度的溶液均出现了两次波长差的突变, 突变间隔代表 NaCl 溶液相变相对于纯水相变的延时。由图 4(c) 可以看到随着溶液浓度的增大, 两次突变的时间间隔也将增大。NaCl 溶液浓度与突变的时间间隔之间的关系如图 4(d) 所示。

在图 4(a) 中仍然观测到了过冷现象, 只不过此时的过冷现象与溶液中溶质浓度相关, 也就是俗称的“成分过冷”现象。从冰晶形成的动力学过程来说, 晶体要形成, 水分子必须要穿过固液界面加入到晶格中来。为了达到此目的, 水分子就需要有适当的空间指向、位置及一定的能量。水分子是强极性分子, 在水溶液中, 大部分都是以水分子链的形式互相依靠着存在的。因此在溶液固化时, 冰晶的形成过程不仅存在溶质分子的叠合, 同时还包含有水分子集团的叠合, 如果大部分的水分子集团具有这种理想状态, 使其能加入到晶格中而不在晶格内产生应力, 冰晶就能快速生长。

在 NaCl 溶液结晶时, 冰晶的生长速率主要是由冷却速率和溶液的浓度决定的。由图 4(a) 分析得到在同一温度下不同浓度的 NaCl 溶液冷却速度大致相同。在高浓度溶液(质量分数为 20%)的 NaCl 溶液中, 大

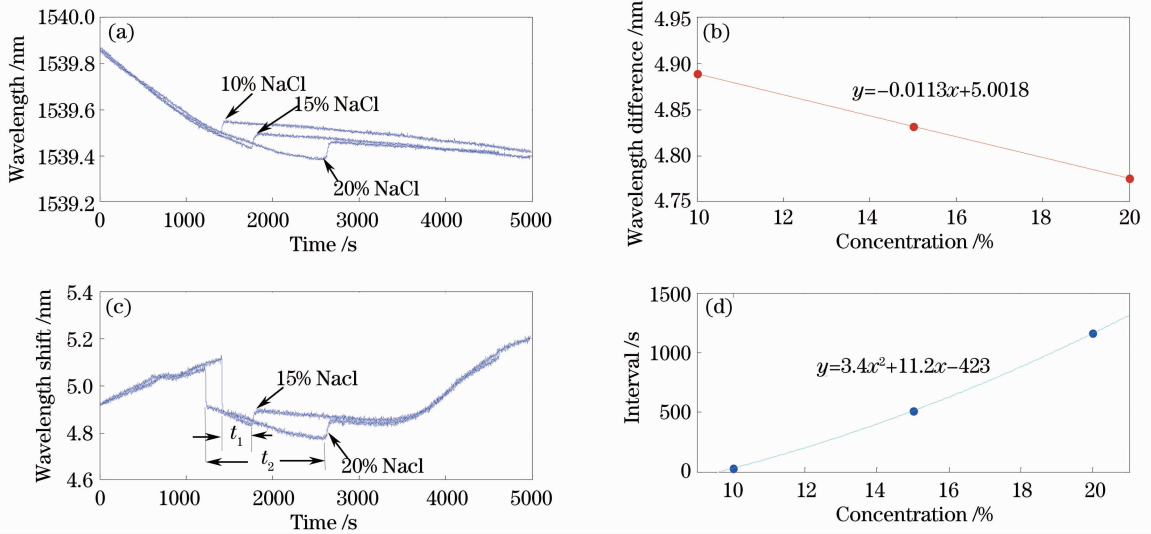


图4 做差比较 NaCl 溶液的温度响应情况

Fig. 4 Subtraction to compare the temperature response of NaCl solution

量的溶质分子的存在极大地干扰了水分子集团获得这种理想状态的能力,特别是在此时水分子获得理想的空间指向比较困难,产生的结果就是在同一冷却速率下,冰晶生长比较慢,需要的温度较低,有足够的空间、时间形成完整的冰晶形状;而在低浓度溶液(质量分数为 10%)的 NaCl 溶液中,少量溶质分子的存在对水分子集团获得这种理想状态的能力的干扰就不像质量分数为 20% 溶液中那样强。产生的结果是在同一冷却速率下,冰晶生长比较快^[9,10],相应需要的温度也较高。

3 结 论

本文充分利用了光纤光栅体积小、操作简单、不受电磁干扰的优点实现了对水溶液的固液相变实时监测,并展示了不同溶液浓度相变信号和溶液浓度的相关性。在实验过程中要记录大量的实验数据,为了方便地得出传感器的传感特性,对实验数据做拟合处理。通过图 4 可以看出,FBG 特征信号和液体浓度呈现出明显的相关性,可以用来判别溶液浓度,但仍存在很多有待改进的方面,如灵敏度和测量时间等问题。同时图 2(c) 所示信号可以发展成为一种“新型指纹图”用来区分不同溶液。

参 考 文 献

- Jiang Desheng, He Wei. Application of FBG sensors [J]. *J. Optoelectronics • Laser*, 2002, **13**(4): 420~422
姜德生, 何伟. 光纤光栅传感器的应用概况 [J]. *光电子·激光*, 2002, **13**(4): 420~422
- Yang Xiufeng, Zhang Chunyu, Tong Zhengrong *et al.*. Experimental research of temperature sensing properties of a novel fiber grating [J]. *Chinese J. Lasers*, 2011, **38**(4): 0405005
杨秀峰, 张春雨, 童峥嵘 等. 一种新型光纤光栅温度传感特性的实验研究 [J]. *中国激光*, 2011, **38**(4): 0405005
- Yoshiyuki Kozawa, Naoki Aizawa, Masayuki Tanino. Study on ice storing characteristics in dynamic-type ice storage system by using supercooling water [J]. *International J. Refrigeration*, 2005, **28**(5): 73~82
- Guo Mingjin, Jiang Desheng. The low temperature characteristics of fiber Bragg grating [J]. *Low Temperature Physics*, 2006, **28**(2): 138~140
郭明金, 姜德生. 镀金光纤光栅传感器的低温特性 [J]. *低温物理学报*, 2006, **28**(2): 138~140
- Jiang Zhigang. Principles and applications of fiber Bragg grating [J]. *China Water Transport*, 2008, **8**(5): 128~132
姜志刚. FBG 光纤光栅的原理和应用 [J]. *中国水运*, 2008, **8**(5): 128~132
- Yuan Libo. Principles and applications of fiber Bragg grating (a) — principle of fiber Bragg grating [J]. *Optical Communication Technology*, 1996, **22**(1): 27~56
苑立波. 光纤光栅原理与应用 (一)—光纤光栅原理 [J]. *光通信技术*, 1996, **22**(1): 27~56
- Zheng Buxiang, Song Yonglun, Zhang Dongsheng *et al.*. Experimental study on temperature and strain sensing characteristics of fiber Bragg grating [J]. *Instrument Technique and Sensor*, 2008, **23**(11): 12~15

- 郑卜祥, 宋永伦, 张东生 等. 光纤 Bragg 光栅温度和应变传感特性的试验研究[J]. 仪表技术与传感器, 2008, **23**(11): 12~15
- 8 Pao K. Wang. Ice Microdynamics[M]. New York: Academic Press, 2000. 46~53
- 9 Yoshikazu Teraoka, Akio Saito, Seiji Okawa. Ice crystal growth in supercooled solution[J]. *International Journal of Refrigeration*, 2002, **25**(9): 218~225
- 10 Xianming Bai, Mo Li. Differences between solid superheating and liquid supercooling[J]. *J. Chem. Phys.*, 2005, **123**(15): 151102