

طراحی و ساخت حسگر رطوبت مبتنی بر فیبر نوری نازک شده و لایه نشانی شده با گرافن

بهنام دره زرشکی، حسین مختاری*، فاطمه استواری

گروه حالت جامد، دانشکده فیزیک، دانشگاه یزد، یزد، ایران

چکیده: در این پژوهش، گرافن با روش هامر ساخته شده و کلویید آن در غلظت‌های متفاوت تهیه و با آنالیزهای پراش پرتو X ، طیف‌سنجی فرسوخ و رامان و همچنین، تصویرهای میکروسکوپ الکترونی روبشی و عبوری مور دبررسی قرار گرفت. بعد از آن کلوییدهای گرافن تهیه شده با استفاده از اسید فلئوریک بر روی فیبر نوری خورده شده، لایه نشانی شد. تغییرات اختلاف نسبی میرایی (RDA) در دو طول موج استاندارد مخابراتی ۱۵۵۰ و ۱۳۱۰ nm برحسب تغییرات رطوبت نسبی (RH) برای دو ضخامت متفاوت فیبر نوری تک مد مخابراتی (۷۲ و ۴۳ μm) مورد بررسی قرار گرفت. نتیجه‌های آزمون تغییرات اختلاف نسبی میرایی نشان می‌دهند که هرچه غلظت تک‌صفحه‌ای‌های گرافن نسبت به چندصفحه‌ای‌های آن بیشتر باشد توان حسگری رطوبت با استفاده از فیبر نوری نازک شده و لایه‌نشانی شده با گرافن، بالاتر می‌رود. همچنین، ضخامت ۴۳ μm از فیبر نوری خورده شده بهترین حساسیت را نسبت به دیگر ضخامت‌ها داشت.

واژگان کلیدی: فیبر نوری، حسگر نوری رطوبت، گرافن، حساسیت‌پذیری، تکرارپذیری.

phmh.mokhtari@yazd.ac.ir

۱- مقدمه

از قبیل سرعت بالا، وزن کم، مقاومت شیمیایی بالا، ضد آتشی، ضد اختلال‌های الکترومغناطیسی و ... هستند. مکانیزم این حسگرها به تغییرات ضریب شکست وابسته است. از آنجا که فیبر نوری در حالت عادی واکنش‌پذیری کمی نسبت به محیط اطراف دارد، با ایجاد تغییرات فیزیکی در ساختار فیبر نوری یا تغییرات شیمیایی در مواد تشکیل‌دهنده یا در سطح، حساسیت آن را نسبت به عامل‌های محیطی بالا می‌برند. برای مثال حسگرهایی از فیبر نوری U شکل، فیبر نوری صیقل داده شده از یک یا دو طرف و فیبر نوری توری براگ درست شده‌اند [۳ و ۴]. از حسگرهای فیبر نوری جهت اندازه‌گیری ویژگی‌های گوناگون فیزیکی از قبیل دما [۵]، فشار [۶]، شدت IR [۷] و رطوبت [۸]

گرافن، یک شبکه دوبعدی شش‌ضلعی از اتم‌های کربن، توجه‌های زیادی را در گستره علم به دلیل ویژگی‌های عجیب الکترونیکی، مکانیکی و گرمایی آن بعد از کشفش در سال ۲۰۰۴ [۱] به خود اختصاص داده است. یکی از کاربردهای مهم گرافن، به دلیل بالابودن نسبت سطح به حجم و تحرک‌پذیری بالای حامل‌های بار حتی در دمای اتاق، استفاده از آن به عنوان حسگر مقاومتی گاز است. پژوهش‌ها نشان داده‌اند که گرافن توانایی حسگری حتی یک مولکول را نیز دارد [۲]. با این وجود حسگرهای نوری سرعت‌های حسگری بالاتری نسبت به حسگرهای الکتریکی دارند. فیبرهای نوری به عنوان مهم‌ترین بخش در علم مخابرات، می‌توانند حسگر ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی متفاوتی نیز باشند. حسگرهای فیبر نوری دارای مزایایی

1. Relative Differentiation of Attenuation

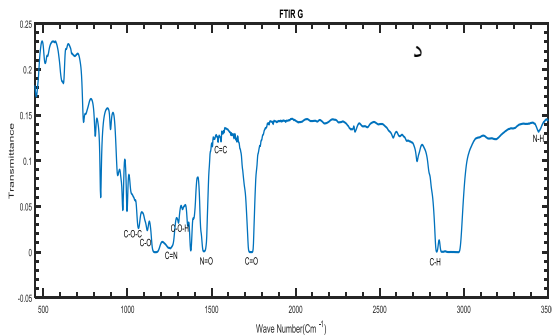
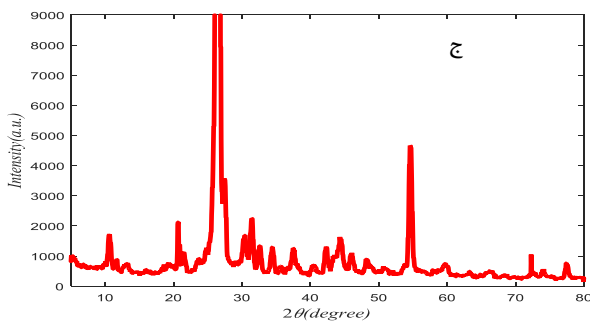
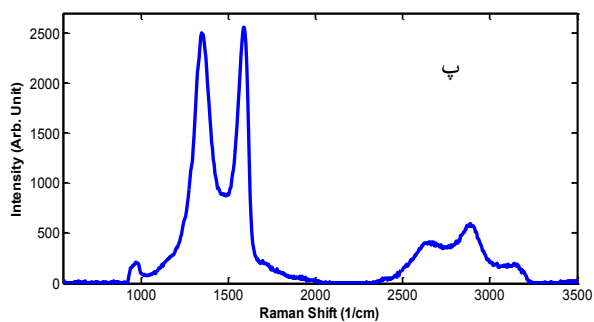
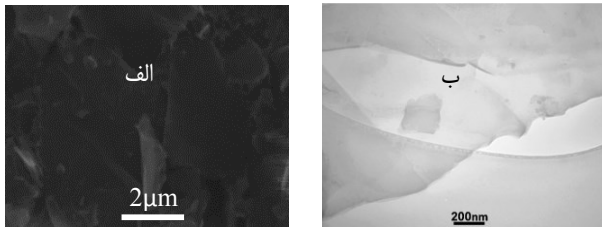
تاریخ دریافت: ۱۳۹۹/۳/۱۳

تاریخ پذیرش: ۱۳۹۹/۹/۱۳

زمستان ۱۳۹۹ | شماره ۴ | سال هفتم

۵۵

2890 cm^{-1} که ترکیب قله‌های D-G را نشان می‌دهد که این کاهش با مقدار اکسیژن کمتری در گرافن همراه است. بنابراین، نتیجه می‌گیریم نانوصفحات ساخته‌شده به روش هامر در این پژوهش از خلوص خوبی برخوردار هستند.



شکل ۱: آنالیزهای الف (SEM)، ب (TEM)، پ (رامان، ج) XRD، د) FTIR از گرافن ساخته‌شده به روش هامر.

طیف FTIR این نمونه حاکی از حضور قله‌های ارتعاشات کششی قوی مربوط به پیوندهای کربن-اکسیژن شامل گروه‌های هیدروکسیل و اپوکسی است. قله 1020 cm^{-1} ارتعاش کششی مربوط به پیوند C-O-C از گروه اپوکسی، قله 1123 cm^{-1}

استفاده‌شده است. در این پژوهش، سعی داریم با استفاده از خوردگی لایه خارجی و قسمتی از پوسته فیبرنوری به‌وسیله اسید و لایه‌نشانی صفحات گرافن، سطح آن را نسبت به رطوبت محیط حساس‌تر کرده و مقدار حساسیت پذیری آن را در دو طول‌موج استاندارد مخابراتی 1310 و 1550 نانومتر بررسی کنیم.

۲- ساخت حس‌گر

برای ساخت حس‌گر رطوبت از فیبرنوری تک مد مخابراتی، محفظه رطوبت یا محفظه ابر که قابلیت ایجاد رطوبت‌های نسبی موردنیاز در دماهای گوناگون را دارد و دستگاه چشمه و آشکارساز موج در طول‌موج‌های 1310 و 1550 nm استفاده‌شده است. همچنین، برای ساخت گرافن از اسیدسولفوریک 30% ، گرافیت 99% ، آب اکسیژنه 96% ، آب مقطر، پرمنگنات پتاسیم، و سدیم نترات استفاده‌شده است. همچنین، از اسید هیدروفلوئوریک برای ایجاد خوردگی روی سطح فیبر استفاده شده است.

۲-۱- ساخت گرافن

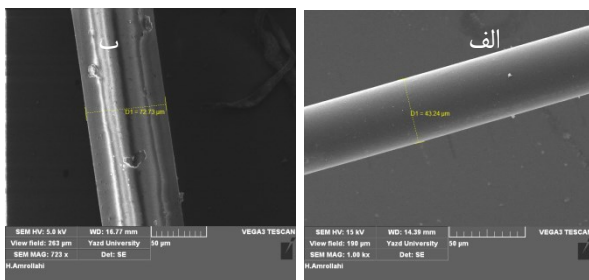
در این آزمایش گرافن با استفاده از روش هامر ساخته‌شده است که در آن نخست پودر گرافیت را به اکسیدگرافیت تبدیل کرده و سپس با روش‌های گرمایی یا اولتراسوند بر جاذبه واندروالسی بین صفحات آن غلبه کرده و یک یا چندصفحه‌ای از آن جدا می‌کنند. در این روش به‌طورمعمول ترکیبی از گرافن و اکسیدگرافن به‌دست می‌آید.

شکل ۱ تصویرهای SEM و TEM از گرافن ساخته‌شده را نشان می‌دهند. این تصویرهای بیانگر حضور لایه‌های گرافنی است. همچنین، طیف رامان ارائه‌شده در این شکل (۱ پ) قله‌هایی را در 1342 cm^{-1} (باند D)، و در 1579 cm^{-1} (باند G) نشان می‌دهد. در واقع قله D مربوط به نوسان‌های باند Sp^3 اتم‌های کربن در شبکه‌ی هگزagonal گرافیتی است. قله G نیز متناظر با نوسان‌های باند Sp^2 اتم‌های کربن در صفحه‌ی شش‌ضلعی دوبعدی است. نسبت شدت این دو قله بیانگر نسبت تعداد تک‌لایه‌های گرافنی به چندلایه‌های گرافنی است. طیف رامان این نمونه نشان می‌دهد که تک‌لایه‌های گرافنی با درصد خوبی رشد داده‌شده‌اند. همچنین، یک قله تیز در 2690 cm^{-1} مشاهده می‌شود که شاخص تعداد لایه‌های گرافن است و نشان‌دهنده‌ی تک‌لایه بودن آن است. قله دیگری در

زمان‌های متفاوت با ۴۰۰۰ rpm برای لایه‌نشانی آماده شد. سانتریفیوژ شدن در زمان‌های متفاوت ۱، ۲ و ۳ ساعت منجر به تولید گرافن با غلظت‌های متفاوت می‌شود که به ترتیب G_1 ، G_2 و G_3 نامیده شدند.

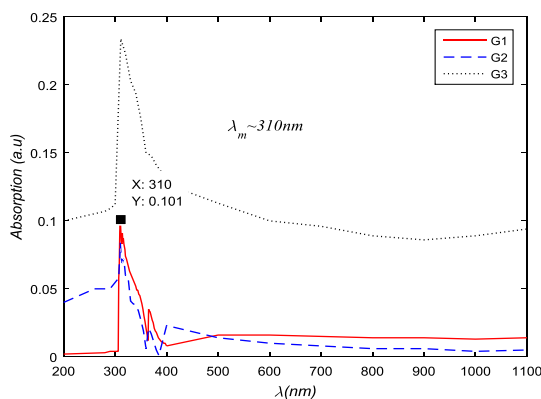
۳- نتیجه‌ها و بحث

در شکل ۲ تصویر SEM از فیبرنوری نازک شده در اثر خوردگی در اسید هیدروفلوئوریک در زمان‌های ۴۰ و ۶۰ دقیقه نشان داده شده است. براساس این تصویر ضخامت فیبرنوری نازک شده در این زمان‌ها به ترتیب حدود ۷۲ و ۴۳ میکرومتر خواهد بود. قرار گرفتن فیبرنوری در اسید به مدت ۸۰ دقیقه منجر به نازک شدن بیش از حد و در نهایت قطع‌شدگی در فیبرنوری شد. سپس محلول‌های به دست آمده بر روی فیبرهای نوری نازک شده در اثر خوردگی به روش عمقی-پوششی لایه‌نشانی شدند.



شکل ۲: تصویر SEM از فیبرنوری نازک شده در زمان الف) ۶۰ و ب) ۴۰ دقیقه

شکل ۳ منحنی جذبی محلول‌های گرافن با غلظت‌های متفاوت را نشان می‌دهد. همان‌طور که از شکل مشخص است مقدار جذب در ۳۱۰ نانومتر که جزو مشخصات گرافن است با افزایش زمان سانتریفیوژ افزایش یافته است.



شکل ۳: طیف جذبی محلول گرافنی سانتریفیوژ شده در ۱) (G_1) ، ۲) (G_2) و ۳) (G_3) ساعت.

مربوط به ارتعاش کششی پیوند C-O متعلق به کربن متصل به گروه هیدروکسیل، قله 1373 cm^{-1} مربوط به پیوند C-O-H از گروه کربوکسیل، قله 1620 cm^{-1} مربوط به پیوند C=C از گروه کربوکسیل مربوط به کربن‌های اکسیدنشده و نوار ارتعاش کششی دیگری با شدت متوسط در 1710 cm^{-1} مربوط به پیوند C=O از گروه کربوکسیل و قله 2877 cm^{-1} مربوط به پیوند C-H از گروه آلکیل است. در نهایت یک قله پهن شده در ناحیه 3000 cm^{-1} تا 3600 cm^{-1} دیده می‌شود که مربوط به ارتعاش کششی پیوند O-H است.

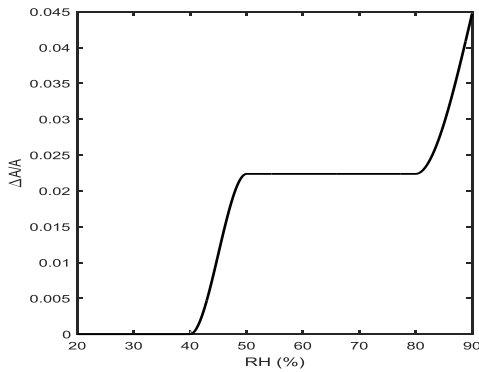
طیف XRD از صفحات G/GO قله‌هایی را در 10° ، 20° ، و 26° و 55° نشان می‌دهد. قله‌های 26° و 55° مشخصه ساختار گرافیتی است و بقیه قله‌ها در اثر اکسیدشدن گرافیت به دست می‌آید. به‌ویژه قله ایجادشده در 10° که نشان‌دهنده فاصله بین‌صفحه‌ای 0.83 نانومتر است، دلالت بر تک لایه‌ای‌های مستقل گرافنی دارند.

۲-۲- ساخت حس‌گر نوری رطوبت

برای ایجاد تغییرات ساختاری به‌منظور برهم‌کنش بیشتر فیبرنوری تک مد مخابراتی با محیط اطراف، بعد از جدا کردن قسمتی از روکش فیبر (حدود ۳ سانتی‌متر) آن را بعد از شست‌وشو با الکل و استون در دو زمان متفاوت درون اسید هیدروفلوئوریک قرار می‌دهیم. این کار با توجه به زمان قراردعی در اسید می‌تواند باعث خوردگی در لایه‌های گوناگون فیبرنوری شود. در این پژوهش خوردگی در زمان‌های ۶۰، ۲۰ و ۸۰ دقیقه انجام شد.

از آن‌جا که مواد تشکیل‌دهنده فیبرنوری در تمامی سطح مقطع‌های آن جذب فیزیکی و شیمیایی بسیار کمی نسبت به مولکول‌های آب دارد، از لایه‌نشانی گرافن با روش عمقی-پوششی بر سطح آن برای افزایش برهم‌کنش با رطوبت محیط استفاده شد. پژوهش‌ها نشان داده‌اند که گرافن ساخته‌شده با روش هامر که حاوی گروه‌های عاملی گوناگون بر سطح خود از قبیل گروه‌های کربوکسیل، اپوکسید و هیدروکسیل است، توانایی بالایی در حس‌گری مولکول‌های آب دارد.

محلول حاوی صفحات گرافن از ترکیب ۰/۱ گرم پودر گرافن در ۱۰۰ سی‌سی آب مقطر تهیه شد. این ترکیب پس از قرار گرفتن در اولتراسوند به مدت ۶ ساعت و سپس سانتریفیوژ شدن در



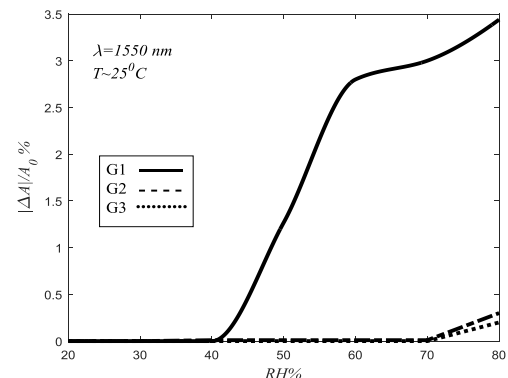
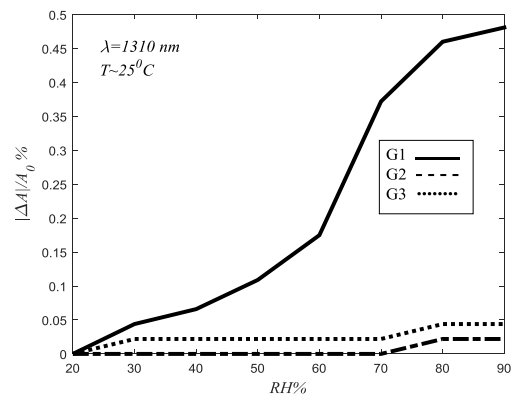
شکل ۵: تغییرات RDA برحسب RH مربوط به فیبرنوری نازک شده در زمان ۴۰ دقیقه و لایه‌نشانی شده با G.

شکل ۵ نشان می‌دهد که مدت‌زمان ۴۰ دقیقه و ضخامت ایجادشده، شرایط لازم برای حس‌گری رطوبت را ایجاد نکرده است. از آن‌جا که فیبرنوری در زمان ۸۰ دقیقه خوردگی به‌وسیله اسید دچار پارگی شد، می‌توان نتیجه گرفت که مدت‌زمان ۶۰ دقیقه برای خوردگی فیبرنوری به‌وسیله اسید هیدروفلوئوریک از دیگر زمان‌ها مناسب‌تر است.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش کلویید گرافن با استفاده از روش هامر، آماده و با روش لایه‌نشانی عمقی بر روی فیبرنوری نازک شده قرار گرفت. نازک‌سازی فیبرنوری تک مد مخابراتی با قرار گرفتن در اسید HF در زمان‌های گوناگون ۴۰، ۶۰ و ۸۰ دقیقه و خوردگی پوسته آن تا رسیدن به ضخامت حدودی ۷۲ و ۴۳ میکرومتر و نازک شدن بیش از اندازه (که منجر به پارگی فیبر شد) به‌ترتیب انجام شد. سپس حس‌گرهای نوری برای بررسی در محفظه رطوبت در معرض رطوبت‌های نسبی متفاوت قرار گرفت و مقدار RDA در دو طول‌موج استاندارد مخابراتی (1310nm, 1550nm) برحسب رطوبت نسبی اندازه‌گیری شد. نتیجه‌ها نشان می‌دهند که قرارگرفتن فیبرنوری در اسید هیدروفلوئوریک به مدت ۸۰ دقیقه منجر به خوردگی کامل فیبر شده و نمی‌توان از آن به‌عنوان حس‌گر نوری استفاده کرد. همچنین، فیبرنوری نازک شده در ۴۰ دقیقه و آلییده شده با گرافن، به‌دلیل ضخامت بالا، توانایی حس‌گری مناسبی را ندارد. در صورتی که فیبرنوری نازک شده در ۶۰ دقیقه با قطر ۴۳ میکرومتر و لایه‌نشانی شده با گرافن حاوی نسبت بالای تک‌صفحه‌ای به چندصفحه‌ای، قابلیت حس‌گری رطوبت مناسبی دارد و می‌توان از آن به‌عنوان حس‌گر رطوبت استفاده کرد.

تغییرات اختلاف نسبی میرایی (RDA) در دو طول‌موج استاندارد مخابراتی (1310 nm, 1550 nm) برحسب تغییرات رطوبت نسبی (RH) در شکل ۴ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود، کاهش تعداد چندصفحه‌ای‌ها نسبت به تک‌صفحه‌ای‌ها در محلول که در اثر افزایش زمان سانتیفریوژ به‌وجود آمده است منجر به افزایش RDA در رطوبت‌های متفاوت شده است. مقدار این تغییرات در طول‌موج ۱۵۵۰ نانومتر بیشتر است. گرافن به‌دلیل نسبت سطح به حجم بالا و حضور پیوندهای اکسیژنی در سطح، با ایجاد قطبندگی مولکولی توانایی جذب مولکول‌های آب را دارد. مولکول‌های آب با قابلیت الکترون‌خواهی بالا، چگالی حامل‌ها را در گرافن تغییر داده و منجر به تغییرات گاف انرژی می‌شود. گاف انرژی به‌صورت معکوس با ضریب شکست مرتبط است و تغییرات آن منجر به تغییرات میرایی نسبی در رطوبت‌های گوناگون می‌شود.



شکل ۴: منحنی تغییرات RDA برحسب RH مربوط به فیبرنوری نازک شده در ۶۰ دقیقه و لایه‌نشانی شده با گرافن در دو طول‌موج الف) (۱۵۵۰ نانومتر و ب) (۱۳۱۰ نانومتر

از بین نمونه‌های G₁, G₂, G₃، بهترین نمونه انتخاب و بر روی فیبرنوری خورده شده در مدت‌زمان ۴۰ دقیقه براساس قبل لایه‌نشانی شد.

[8] N. Alberto, C. Tavares, M.F. Domingues, S.F.H. Correia, C. Marques, P. Antunes, J.L. Pinto, R.A.S. Ferreira, P.S. André, Relative humidity sensing using micro-cavities produced by the catastrophic fuse effect, *Opt. Quantum Electron.*, 48, 216, 2016.

مراجع

[1] F. Farahi, J.L. Santos, *Optical Sensors*; 1st ed.; CRC Press; ISBN 9781138198661.

[2] F. Ostovari, M.K. Moravvej-Farshi, "Photodetectors with zigzag and armchair graphene nanoribbon channels and asymmetric source and drain contacts: detectors for visible and solar blind applications," *Journal of Applied Physics*, 120 (14), 144505, 2016.

[3] Y.-D. Chiu, C.-W. Wu, C.-C. Chiang, "Fiber Bragg Grating Sensor with Graphene Oxide Coating for Humidity Sensing," *Sensors*, 17, 2129, 2017.

[4] C-H. Tsai, S-L. Shiu, W-C. Lin, Y-R. Chou, Y-H. Yu, "Synthesis of Reduced Graphene Oxide/Macrocyclic Ytterbium Complex Nanocomposites and Their Application in the Counter Electrodes of Dye-Sensitized Solar Cells," *Organic Electronics*, 64, 166-175, 2019.

[5] M. Pisco, F.A. Bruno, G. Danilo, L. Nardone, G. Gruca, N. Rijnveld, F. Bianco, A. Cutolo, A. Cusano, seismic sensors detected the Norcia earthquake, *Scientific Reports*, 8, 1–14, 2018.

[6] G. Woyessa, A. Fasano, C. Markos, H.K. Rasmussen, O. Bang, Low Loss Polycarbonate Polymer Optical Fiber for High Temperature FBG Humidity Sensing, *IEEE Photonics Technol. Lett.*, 29, 575–578, 2017.

[7] G. Woyessa, K. Nielsen, A. Stefani, C. Markos, O. Bang, Temperature insensitive hysteresis free highly sensitive polymer optical fiber Bragg grating humidity sensor, *Opt. Express.*, 24, 1206, 2016.



Design and construction of Humidity Sensor by Thinned Optical Fiber with Graphene Coating

B. Darazereshki, H. Mokhtari*, F. Ostovari

Department of Physics, Faculty of Science, Yazd University, Yazd

Abstract: In this study, graphene synthesized by Hammer's method and qualify by XRD, TEM, SEM, FTIR and Raman analysis. Then colloids of graphene with different densities are coated on the etched single mode optical fiber. To investigate the humidity sensing of them, the relative differentiation of attenuations (RDA) in the presence of relative humidity (RH) is measured at two standard wavelengths telecommunication (1310 nm and 1550 nm). Results show diluted graphene solution with high ratio of One-layer to multi-layer improves the humidity sensing of etched optical fiber relative to others. Also, 60 minute etching of optical fiber in acid cause to 43 μ m diameter of it, have higher response to humidity.

Keywords: Graphene oxide, Optical fiber, Relative Humidity, Humidity Sensor, Silica gel, Optical sensor.