水基磁流体的制备及其在光纤磁场测量方面的 应用

李梦想1,李修烨2,李俊桥1,刘海楠3*

¹海军工程大学电气工程学院,湖北 武汉 ²海军工程大学兵器工程学院,湖北 武汉 ³海军工程大学基础部物理教研室,湖北 武汉

收稿日期: 2024年8月4日; 录用日期: 2024年9月6日; 发布日期: 2024年9月18日

摘要

磁流体光纤磁场传感器因成本低、灵敏度高等特点,在磁场传感测量领域具有广泛的应用前景。本文通 过一种简单易操作的化学共沉淀法制备了具有良好分散性和稳定性的水基磁流体,并在此基础上设计制 作了一种磁流体光纤传感探头,搭建了端面反射式的测量系统,从实验上探究了反射光功率随磁场改变 的变化趋势,从而实现了磁场测量。实验采用数值拟合结合误差分析的方法对数据进行了深入分析,揭 示了反射光功率与磁感应强度之间的内在联系,为基于磁流体材料的光纤磁场传感系统的设计提供了理 论与实验基础。

关键词

传感器,光纤,磁场,水基磁流体

Preparation of Water-Based Magnetic Fluid and Its Application in Fiber Optic Magnetic Field Measurement

Mengxiang Li¹, Xiuye Li², Junqiao Li¹, Hainan Liu^{3*}

¹School of Electrical Engineering, Naval University of Engineering, Wuhan Hubei
²College of Weapon Engineering, Naval Engineering University, Wuhan Hubei
³Physics Teaching and Research Office of the Basic Department of Naval Engineering University, Wuhan Hubei

Received: Aug. 4th, 2024; accepted: Sep. 6th, 2024; published: Sep. 18th, 2024

*通讯作者。

文章引用: 李梦想, 李修烨, 李俊桥, 刘海楠. 水基磁流体的制备及其在光纤磁场测量方面的应用[J]. 传感器技术与应用, 2024, 12(5): 716-724. DOI: 10.12677/jsta.2024.125078

Abstract

Magnetic fluid fiber optic magnetic field sensors have broad application prospects in the field of magnetic field sensing and measurement due to their low cost and high sensitivity. This article describes the preparation of water-based magnetic fluids with good dispersibility and stability using a simple and easy-to-operate chemical co-precipitation method. Based on this, a magnetic fluid fiber sensing probe is designed and fabricated, and an end-face reflection measurement system is built. The trend of reflected light power changing with magnetic field is explored experimentally to achieve magnetic field measurement. The experiment used numerical fitting combined with error analysis to conduct an in-depth analysis of the data, revealing the inherent relationship between reflected light power and magnetic induction intensity, providing a theoretical and experimental basis for the design of fiber optic magnetic field sensing systems based on magnetic fluid materials.

Keywords

Sensor, Fiber Optic, Magnetic Field, Water-Based Magnetic Fluid

Copyright © 2024 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/

1. 引言

在磁场传感技术领域,以霍尔效应传感器、磁阻传感器及磁通门传感器为代表的电信号型磁传感器 已广泛应用于航空航天、医疗科学、海底环境监测、地质勘探及电力工业[1]-[3]。但是,传统的电学磁场 传感器普遍存在体积庞大、结构复杂、难以微型化、电信号易受外界电磁嗓音影响等问题[4]。光纤磁场 传感器作为电学磁场传感器之外的有力补充,不仅具备体积小、质量轻、抗电磁干扰、耐腐蚀等能力, 还独具分布式多点测量的便利性和全光信号传输的高效性。这些显著特点使得光纤磁场传感器成为当前 磁场传感技术领域内备受瞩目的研究方向之一[5]。

光纤本身对磁场的自然响应极其有限,因此,引入磁性材料成为构建光纤磁场传感器的关键要素。 常见的固态磁性材料,诸如磁致伸缩材料和磁光晶体,其整合入光纤系统往往依赖于复杂的粘合技术 [6]或空间耦合策略[7],这一过程不仅增加了系统的非全光纤复杂性,还带来了校准难题等挑战。随着 纳米材料科学的进步,特别是纳米磁流体的涌现,以其卓越的磁光性能结合液体的灵活性,为光纤磁 场传感器的创新设计开辟了全新路径[8]。Childs 等研究者[9] [10]创新性地提出,在光纤表面涂覆磁流 体层以实现磁场监测,具体方法是将铁磁流体封装于闪耀光纤光栅环形谐振腔内,从而构建出新型磁 场传感器。Candiani及其团队[11] [12]则另辟蹊径,通过向微结构光纤布拉格光栅中注入磁流体材料来 检测磁场变化,磁流体在磁场作用下沿光栅长度方向迁移,进而引起反射光谱的变动,以此精确感知 磁场的强度和方向。此外,武汉理工大学的丁立等科研人员[13]也贡献了一项重要研究,他们提出了一 种基于薄包层光纤布拉格光栅与磁流体结合的磁场监测技术。该技术利用磁流体影响下薄包层光纤布 拉格光栅反射谱的偏移效应来监测磁场,实验结果显示,其灵敏度高达 3.93 pm/mT,标志着光纤磁场 传感技术的一大进步。

综上所述,将光纤传感结构与磁流体材料相结合,构建基于磁流体材料的光纤磁场传感监测系统用 于磁场测量的可行性已得到广泛验证。但是,磁流体型光纤磁场传感器当前仍处于实验室研究阶段,现 有文献报道的制备方法较为复杂且条件苛刻。本文基于简单的实验探索,力求在工艺、设计等方面综合 改进,提出一套简单高效的构建磁流体光纤磁场传感系统的实验方案。为探究自制传感器的技术性能, 通过端面反射法测量了磁流体光反射功率,得到了其随磁场的变化特征,在实验室条件下为基于磁流体 材料的光纤磁场传感技术的实用化提供了一定的基础理论参考。

2. 磁流体光纤磁场测量原理

磁流体是一种由纳米级的磁性颗粒借助于表面活性剂的作用而均匀分散于基液中的稳定的胶体溶液, 具备磁致折射率变化效应、磁致双折射效应和法拉第旋光效应等独特的磁光性质[14]。构建基于菲涅尔反 射原理的端面反射式光纤传感系统[15],当光从光纤内进入时,在端面处会发生折反射,入射光电场振幅 的反射率为:

$$r_{\perp} = \frac{E_{\perp}'}{E_{\perp}} = \frac{\overline{n_b}\mu_1 \cos\alpha_1 - \overline{n_a}\mu_2 \cos\alpha_2}{\overline{n_b}\mu_1 \cos\alpha_1 + \overline{n_a}\mu_2 \cos\alpha_2}$$
(1)

$$r_{\parallel} = \frac{E_{\parallel}'}{E_{\parallel}} = \frac{n_a \mu_2 \cos \alpha_1 - n_b \mu_1 \cos \alpha_2}{n_a \mu_2 \cos \alpha_1 + n_b \mu_1 \cos \alpha_2}$$
(2)

其中, r_{\perp} 表示垂直于光纤轴心线方向入射光电场的反射率, r_{\parallel} 表示平行于光纤轴心线方向入射光电场的 反射率; E'_{\perp} 和 E_{\perp} 分别表示垂直于光纤轴心线方向反射光、入射光电场振幅的分量, E'_{\parallel} 和 E_{\parallel} 分别表示平 行于光纤轴心线方向反射光、入射光电场振幅的分量。 $\overline{n_a}$ 和 $\overline{n_b}$ 分别是光纤纤芯和水基磁流体折射率的复 振幅, $\overline{n_a} = n_g - jk_g$, $\overline{n_b} = n_c - jk_c$, 其中 n_c 和 n_g 分别为磁流体和光纤纤芯的折射率, k_c 和 k_g 分别为相应 的衰减系数, 且 k_g 非常小,可以忽略,即 $k_g = 0$; α_1 和 α_2 为光束的入射角和反射角; μ_1 和 μ_2 分别为光纤 纤芯和磁流体的相对磁导率。

由公式(1)、(2)可知,总光强反射率为:

$$R = \left| r_{\perp} \right|^{2} = \left| r_{\parallel} \right|^{2} = \left| \frac{\overline{n_{a}} - \overline{n_{b}}}{\overline{n_{a}} + \overline{n_{b}}} \right|^{2} = \frac{\left(n_{g} - n_{c} \right)^{2} + k_{c}^{2}}{\left(n_{g} + n_{c} \right)^{2} + k_{c}^{2}}$$
(3)

磁流体的衰减系数 $k_c = \frac{\alpha_c \lambda}{4\Pi}$,其中 λ 为入射光波长, α_c 为磁流体吸收系数。由公式(3)可知,总光强

反射率与磁流体折射率存在对应关系,通过测量总光强反射率可计算得出磁流体折射率。

在已知本征反射光功率 P_1 和空气反射光功率 P_{air} 的情况下,通过测量磁流体中光纤端面的反射光功率 P_c ,得到以下比例关系:

$$\frac{p_c - p_1}{p_{air} - p_1} = \frac{\left|\frac{n_g - \overline{n}_c}{n_g + \overline{n}_c}\right|^2}{\left(\frac{n_g - n_{air}}{n_g + n_{air}}\right)^2} = \frac{\left(\frac{n_g - n_c}{n_g + n_c}\right)^2 + k_c^2}{\left(\frac{n_g - n_{air}}{n_g + n_{air}}\right)^2}$$
(4)

对上式进行变形,得到磁流体折射率的表达式为:

$$n_{c} = \frac{\left[1 + \left(\frac{P_{c} - P_{1}}{P_{air} - P_{1}}\right)\left(\frac{n_{g} - n_{air}}{n_{g} + n_{air}}\right)^{2}\right]n_{g}}{1 - \left(\frac{P_{c} - P_{1}}{P_{air} - P_{1}}\right)\left(\frac{n_{g} - n_{air}}{n_{g} + n_{air}}\right)^{2}} \pm \sqrt{\left\{\frac{\left[1 + \left(\frac{P_{c} - P_{1}}{P_{air} - P_{1}}\right)\left(\frac{n_{g} - n_{air}}{n_{g} + n_{air}}\right)^{2}\right]n_{g}}{\left[1 - \left(\frac{P_{c} - P_{1}}{P_{air} - P_{1}}\right)\left(\frac{n_{g} - n_{air}}{n_{g} + n_{air}}\right)^{2}\right]}\right\}^{2} - n_{g}^{2} - k_{c}^{2}$$
(5)

DOI: 10.12677/jsta.2024.125078

已知,公式(5)只有nc和Pc为未知参量,因此可化简,令常数:

$$A = \frac{n_g - n_{air}}{n_g + n_{air}}; \quad B = n_g; \quad C = P_{air} - P_1; \quad D = n_g^2 + k_c^2; \quad E = P_1$$

又因为已知光纤纤芯折射率大于磁流体折射率,故公式(5)中符号为负号,得到如下公式:

$$n_{c} = \frac{\left[1 + \left(\frac{P_{c} - E}{C}\right)A^{2}\right]B}{1 - \left(\frac{P_{c} - E}{C}\right)A^{2}} - \sqrt{\left\{\frac{\left[1 + \left(\frac{P_{c} - E}{C}\right)A^{2}\right]B}{\left[1 - \left(\frac{P_{c} - E}{C}\right)A^{2}\right]}\right\}^{2}} - D$$
(6)

同时,外界磁感应强度 B 和水基磁流体折射率 n 之间满足朗之万函数,如下:

$$n_{c} = F\left[\operatorname{coth}\left(\alpha \frac{B - B_{c,n}}{\mu T}\right) - \frac{\mu T}{\alpha \left(B - B_{c,n}\right)}\right] + G\left(B > B_{c,n}\right)$$
(7)

其中, F、G为常数, $F = n_s - n_0$, 表示磁流体在外界磁场中饱和折射率与初始折射率的差值, $G = n_0$, 表示磁流体在外界磁场中的初始折射率, T表示温度, B表示外界磁感应强度, $B_{c,n}$ 表示磁流体折射率开始变化的临界磁感应强度, μ 表示磁流体的绝对磁导率, α 为调节系数。

综上所述,在外界磁场作用下,磁流体内部的颗粒发生重排,折射率变化,导致其对光的吸收和反 射特性发生改变,如果可以设计一个光学系统探测反射光的功率,建立起磁场和反射光功率之间的联系, 即可实现测量磁场,方案思路如图1所示。



图 1. 实验方案思路图

3. 磁流体光纤磁场传感系统的构建

3.1. 水基磁流体的制备

实验采用化学共沉淀法制备纳米磁性流体[16],具有操作简单、反应快等优点,具体的制备流程如图 2 所示[17]-[20]。

首先,分别配制 0.3 mol/L 的 FeSO4 溶液和 FeCl3 溶液,在溶液中分别加入少量冰乙酸,防止 Fe²⁺和 Fe³⁺发生水解。配制过量 2.0 mol/L 的 NaOH 溶液,分别取 150 ml 的 FeSO4 溶液和 FeCl3 溶液混合、超声 震荡 3 min;在室温下以 200 r/min 的转速搅拌铁盐溶液,同时快速滴加 NaOH 溶液,可以观察到溶液中 有黑色沉淀产生,直到溶液 pH = 11 左右。停止滴加,继续搅拌 30 min,让 Fe₃O₄ 沉淀彻底熟化。

随后,用强磁铁促使 Fe₃O₄ 颗粒沉降,反复交替使用去离子水和热的无水乙醇洗涤 Fe₃O₄ 沉淀;倒掉洗涤液,用去离子水定容到 200 ml,超声震荡 15 min。向恒温 80℃溶液中边滴加油酸钠(SO)溶液边以 300 r/min 的转速搅拌,滴加完毕后继续搅拌 120 min,使油酸根充分包覆磁性颗粒,超声震荡 15 min,防止



Figure 2. Process diagram for preparation of water-based magnetic fluid materials 图 2. 水基磁流体材料制备流程图

颗粒聚集沉降。过滤样品,重复洗涤沉淀,使沉淀物 pH≈7.5,收集沉淀物并加去离子水分散,搅拌均匀 后得到水基纳米磁流体。

3.2. 传感系统的搭建

在本实验搭建的传感器中,磁流体与光纤传感结构的耦合方式属于包覆式,将去除包覆层的光纤插 入填满磁流体的毛细玻璃管中,光纤纤芯已用光纤切割刀切好平整端面(光纤纤芯折射率为1.46),随后用 紫外光固化胶对探头两端进行封口固定,如图3所示。



Figure 3. Schematic diagram of magnetic fluid fiber optic probe 图 3. 磁流体光纤探头示意图

由公式(7)可知,为确定常系数,需要进行调控并测量的物理量主要有:空间磁感应强度、探头工作 温度和磁流体折射率。对于空间磁场,实验装置采用励磁线圈完成磁场调控,采用 4.5 mm×0.4 mm 扁铜 线绕制 60 匝,直流稳压电源提供电能,通过调节电流控制线圈内磁场的大小;对于温度,实验装置采用 搭建控温模块的方式完成调控。控温模块由加热棒、PID 控温板以及铂电阻组成,实验时和传感探头结 合,同时放入磁场中进行实验,能够有效地将探头温度控制在设定温度;对于磁流体折射率,实验装置 采用光功率计完成测量。实验时经探头反射的光进入环形器,从环形器再进入光功率计,最后在光功率 计上直接读取反射光功率,具体的实验装置如图 4 所示。实验中,首先将光源(实验选用 1550 nm 波长的 激光)、光功率计和环形器连接,环形器的磁流体探头一端插入单线圈磁场中,并将励磁线圈电路连接; 然后将控温模块加入到线圈内部实现恒温,打开电源,调至电流最高,调整磁流体探头位置,从而使得 光功率计读出的反射功率最大。调整励磁线圈的电流大小,依次记录电流与光功率数据。



Figure 4. Schematic diagram of experimental setup 图 4. 实验装置示意图

4. 实验数据分析

实验测量得到了一组反射光功率随励磁线圈电流变化的数据。由于实验中用来产生磁场的线圈为单 线圈,光纤磁流体探头位于线圈的正中心,线圈匝数 *N*=60 匝,有效半径 39 mm,可证明其中心处磁感 应强度与电流的关系成正比。由此可得磁感应强度及光功率数据,如表1 所示。

本实验选择磁感应强度最弱的一段区间进一步分析。选取 0 µT 至 600 µT 的范围,以 ln P 为横坐标, B 为纵坐标,采用最小二乘法做线性拟合,得到的拟合结果如图 5 所示。

如图所示,得到光功率和磁感应强度的关联公式:

$$B = 3.2 \times 10^3 \ln P - 1.9 \times 10^4 \tag{8}$$

进一步采用标准偏差评价拟合结果的不确定度。

I(A)	<i>B</i> (μT)	<i>P</i> (nW)	I(A)	<i>B</i> (μT)	P (nW)
0.01	9.66	353.9	1.4	1352.62	579.4
0.06	57.97	348.3	1.49	1439.57	669.8
0.11	106.28	353.9	1.62	1565.17	721.1
0.14	135.26	360.5	1.66	1603.82	734.5
0.2	193.23	366.4	1.66	1603.82	776.2
0.24	231.88	378.4	1.69	1632.8	755
0.27	260.86	372.3	1.75	1690.77	690.2
0.31	299.51	382.8	1.89	1826.03	687
0.34	328.49	382.8	1.99	1922.65	629.5
0.38	367.14	389	2.05	1980.62	528.4
0.42	405.78	385.3	2.1	2028.92	483
0.46	444.43	395.3	2.14	2067.57	444.6
0.51	492.74	409.2	2.22	2144.86	382.8
0.54	521.72	401.7	2.25	2173.85	382.8
0.58	560.37	415.9	2.29	2212.49	213.315
0.62	599.02	405.5	2.33	2251.14	214.2
0.63	608.68	469.8	2.37	2289.78	216.2
0.85	821.23	483	2.43	2347.75	245
1.02	985.48	489.7	2.54	2454.03	353.9
1.09	1053.11	508.1	2.6	2512	372.3
1.21	1169.05	548.2	2.63	2540.98	395.3
1.31	1265.66	615.1			

Table 1. Experimental data record form





斜率 k 的拟合偏差为:

$$\sigma_k = \frac{\sigma_B}{\sqrt{n\left(\overline{B^2} - \overline{B}^2\right)}} = 2.1 \times 10^2 \tag{9}$$

相对偏差为:

$$E_k = \frac{\sigma_k}{k} \times 100\% = 6.6\% \tag{10}$$

截距 b 的拟合偏差为:

$$\sigma_b = \frac{\sqrt{B^2}\sigma_y}{\sqrt{n(\overline{B^2} - \overline{B}^2)}} = 1.3 \times 10^3 \tag{11}$$

相对偏差为:

$$E_b = \frac{\sigma_b}{b} \times 100\% = 6.9\%$$
 (12)

由实验测量结果及拟合评价结果可知,基于磁流体材料的光纤磁场传感系统可以较为精确地实现微 弱磁场的测量。

5. 总结

磁流体光纤传感系统因具备低成本、高灵敏度及出色的抗电磁干扰能力,在电磁测量和工业生产领 域具备显著的应用潜力。本研究采用了一种简便且高效的化学共沉淀技术,成功制备了分散均匀且稳定 性良好的水基磁流体材料。基于该材料的独特磁光特性与光纤传感结构的敏感性,构建了一种磁场传感 测量系统。通过实验系统地研究了磁流体反射光功率对外界磁场变化的响应情况,结果显示,在弱磁感 应强度范围内,两者之间存在线性关系,从而实现了高精度的非接触式磁场测量。同时,本研究采用了 数值拟合与误差分析的方法对实验数据进行了处理与解析,确认了系统的准确性与可靠性。研究结果不 仅为磁流体光纤传感技术提供了坚实的理论基础与丰富的实验数据支持,还为优化磁流体的制备工艺以 及改进传感探头的结构设计提供了一定参考。

参考文献

- [1] 彭根斋, 唐宝权, 闫欢, 等. 基于霍尔效应的宽量程磁场测试仪设计与实现[J]. 磁性材料及器件, 2023, 54(4): 74-79.
- [2] 王立乾, 胡忠强, 关蒙萌, 等. 基于巨磁阻效应的磁场传感器研究进展[J]. 仪表技术与传感器, 2021(12): 1-12, 17.
- [3] 杨理践, 涂传宾, 高松巍. 基于磁通门传感器的弱磁场检测方法[J]. 仪表技术与传感器, 2014(9): 84-87.
- [4] 唐露新, 张淏. 交变磁场测量的研究进展[J]. 测控技术, 2013, 32(4): 1-4.
- [5] 王惠文. 光纤传感技术与应用[M]. 北京: 国防工业出版社, 2001.
- [6] Nascimento, I.M., Baptista, J.M., Jorge, P.A.S., Cruz, J.L. and Andres, M.V. (2015) Intensity-Modulated Optical Fiber Sensor for AC Magnetic Field Detection. *IEEE Photonics Technology Letters*, 27, 2461-2464. <u>https://doi.org/10.1109/lpt.2015.2470135</u>
- [7] Liu, T., Han, J. and Hu, H. (2017) Optical Current Sensor with Dual-Wavelength Configuration for Improving Temperature Robustness. *IEEE Photonics Journal*, **9**, 1-10. <u>https://doi.org/10.1109/jphot.2016.2639286</u>
- [8] 刘玉婵, 刘月明, 徐程. 磁流体光纤磁场传感技术综述[J]. 光通信技术, 2020, 44(11): 1-7.
- Childs, P., Candiani, A. and Pissadakis, S. (2011) Optical Fiber Cladding Ring Magnetic Field Sensor. *IEEE Photonics Technology Letters*, 23, 929-931. <u>https://doi.org/10.1109/lpt.2011.2143397</u>
- [10] Konstantaki, M., Candiani, A. and Pissadakis, S. (2011) Optical Fibre Long Period Grating Spectral Actuators Utilizing

Ferrofluids as Outclading Overlayers. *Journal of the European Optical Society-Rapid Publications*, **6**, Article No. 11007. <u>https://doi.org/10.2971/jeos.2011.11007</u>

- [11] Candiani, A., Konstantaki, M., Margulis, W. and Pissadakis, S. (2012) Optofluidic Magnetometer Developed in a Microstructured Optical Fiber. *Optics Letters*, 37, 4467-4469. <u>https://doi.org/10.1364/ol.37.004467</u>
- [12] Candiani, A., Argyros, A., Lwin, R., Leon-Saval, S.G., Zito, G., Selleri, S., et al. (2012) A Grating-Less In-Fibre Magnetometer Realised in a Polymer-MOF Infiltrated Using Ferrofluid. Proceedings of SPIE—The International Society for Optical Engineering, 8426, 84260E. <u>https://doi.org/10.1117/12.922700</u>
- [13] 丁立. 基于磁流体和 FBG 的光纤磁场传感研究[D]: [硕士学位论文]. 武汉: 武汉理工大学, 2012.
- [14] Li, Z., Liao, C., Song, J., Wang, Y., Zhu, F., Wang, Y., et al. (2016) Ultrasensitive Magnetic Field Sensor Based on an In-Fiber Mach-Zehnder Interferometer with a Magnetic Fluid Component. *Photonics Research*, 4, 197-201. <u>https://doi.org/10.1364/prj.4.000197</u>
- [15] 温芳芳. 干涉型磁流体光纤磁场传感技术研究[D]: [硕士学位论文]. 保定: 华北电力大学, 2022.
- [16] 叶楠, 唐建成, 卓海鸥. 弱碱性稳定 Fe₃O₄ 水基磁流体的制备与表征[J]. 粉末冶金工业, 2013, 23(2): 38-43.
- [17] 袁久越. 疏水性磁液制备及其性能对水力机械密封效果的影响研究[D]: [硕士学位论文]. 成都: 西华大学, 2023.
- [18] 杨瑞成, 郧栋, 穆元春. 纳米 Fe₃O₄ 磁流体的制备及表征[J]. 兰州理工大学学报, 2008, 34(1): 22-25.
- [19] 洪勇, 史红兵, 刘杰, 等. 油酸包覆的机油基 Fe₃O₄ 磁流体的制备及表征[J]. 山东化工, 2015, 44(7): 16-19, 24.
- [20] 王金刚, 付仟骞, 张迎春. NaOH 的加入速度对纳米磁流体制备工艺的影响的研究[J]. 云南大学学报(自然科学版), 2005(S1): 127-130, 135.