

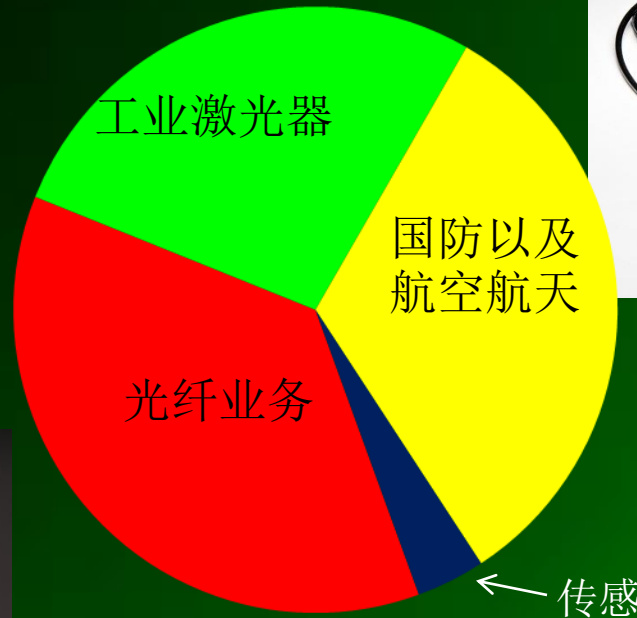


# NuSENSOR光纤在石油和天然气领域的应用

May 2015



# Nufern公司目前的业务分步



目标：光纤业务进军传感领域



# Nufern特种光纤业务

- Nufern是致力于特种光纤的制造工厂
- 业务涵盖所有光纤为基础的领域
  - 工业激光器，军事/航空航天和传感器
- 基于电信，工业，国防，科研和医疗领域的客户遍布全球
- 从内部和外部的客户获取更广泛的视角
- 约50名天才构成的光纤业务团队，高效的业务系统支持
- Rofin – 作为母公司支持光纤领域的投资

# 光纤产品家族

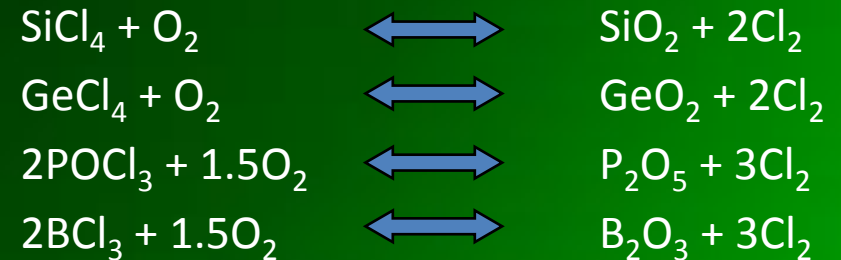
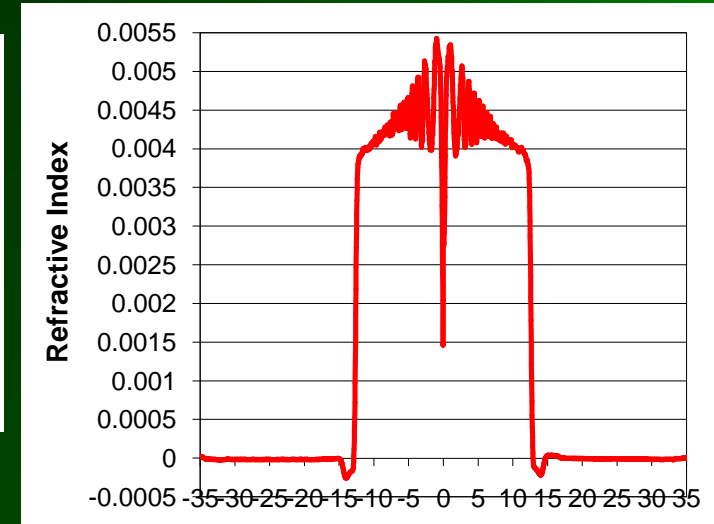
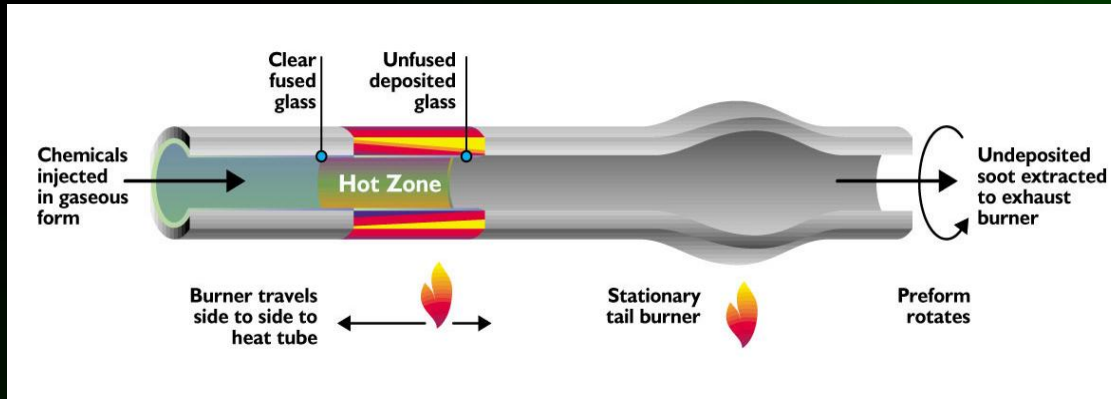


## 6大系列:

- 双包层光纤
- 保偏光纤
- 陀螺光纤
- 单模光纤
- 多模光纤
- 传感光纤

- 具备宽范围的玻璃组分制作能力以及先进的光纤特性测试评估能力
- 从设计开发到批量生产均在同一个工厂内完成

# 玻璃组分制作

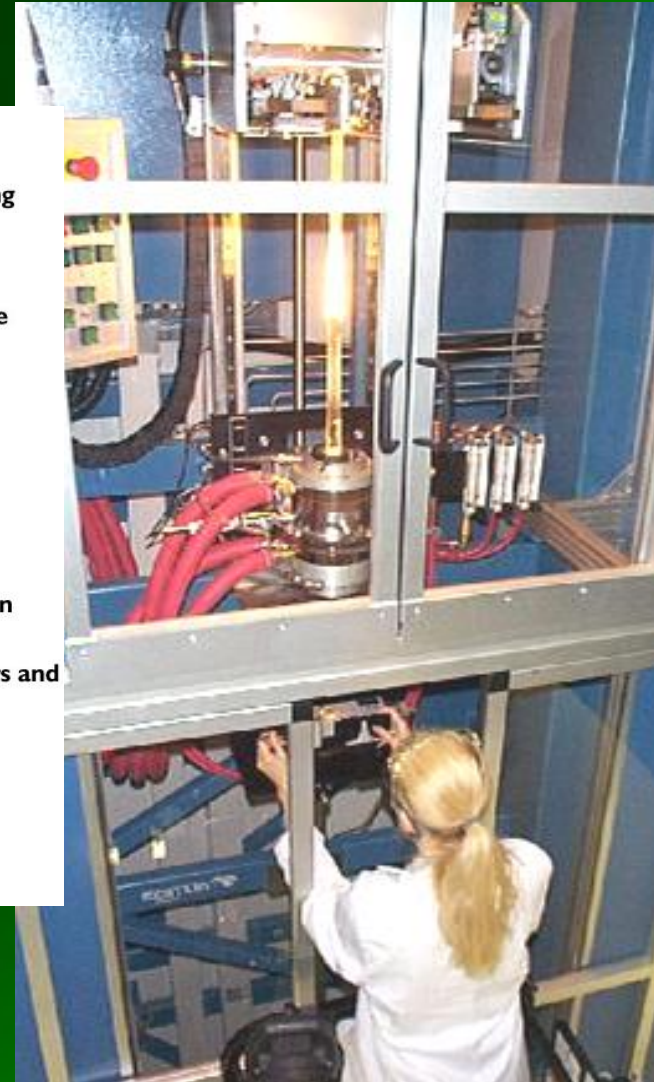
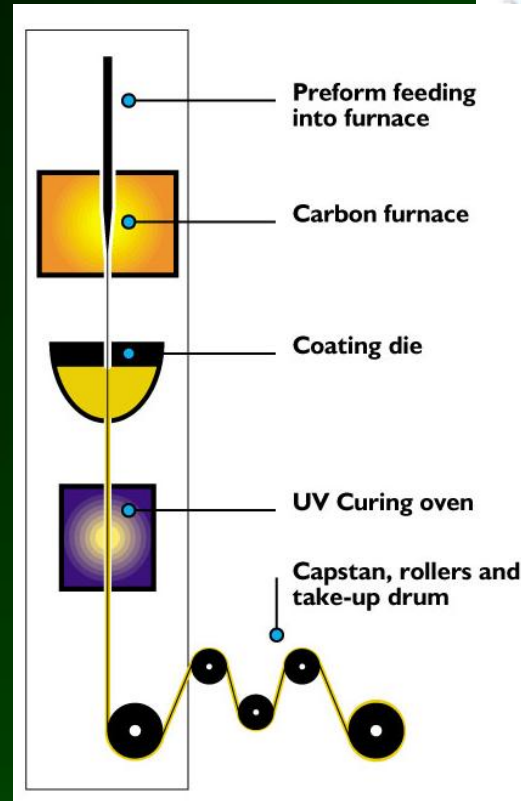


- 四条生长线，每天两班
- 2015年的生产线将达到五条
- 预留了将来增加第六条生产线的场地



# 光纤拉丝

- 光纤、光纤锥以及毛细管拉制
- 2个拉丝塔用于紫外固化涂覆层
- 1个热固化涂层拉丝塔
- $\leq 50$  mm 预制棒
- 复杂光纤组建的拉丝
- 预制棒旋转拉丝



# 独一无二的特种光纤特性测试能力

光谱: 400 – 2100 nm

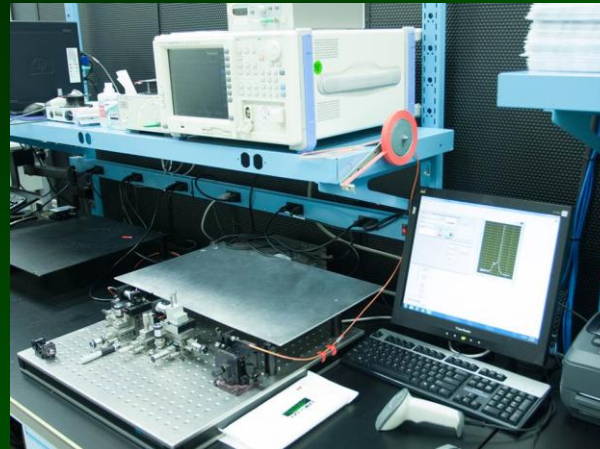
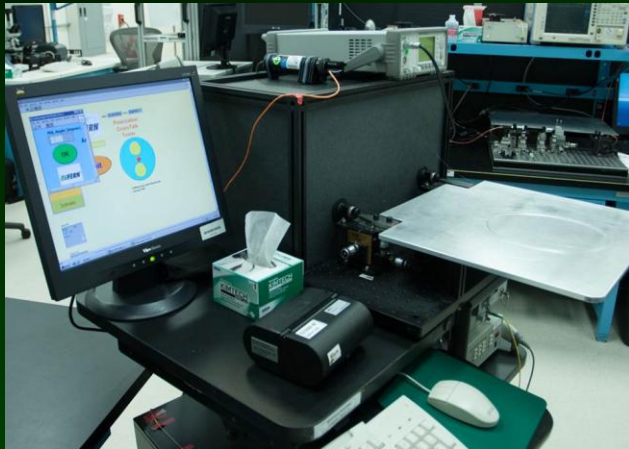
几何形状: 圆形/特殊形状 色散&双折射



偏振串扰 X-talk: 可见到红外

稀土吸收

Telcordia 实验室: GR-20



# Nufern在传感光纤领域的兴趣和利益

- Nufern在电信，工业激光器，医疗和国防市场已经拥有较高的声望，是一家著名的特种光纤供应
- 已有的传感光纤应用于光纤陀螺
- 正在为其它光纤传感器进行战略投资
  - 温度和压力传感
  - 声学信号传感
  - 电流和电压传感
- 石油和天然气传感光纤作为优先领域发展，因为其市场规模巨大却缺少独立的传感光纤供应商
- Nufern 作为一家独立的供应商可以和任何用户进行合作



# 石油和天然气传感光纤的投资

- 拉丝塔用于聚酰亚胺，有机硅，密封碳涂覆层
- 测试平台用于高温条件下暴露于氢气的测试

氢气测试装置



HP/HT H<sub>2</sub> 气室




用于热处理涂覆层的拉丝塔



# 用于石油和天然气的光纤

- 战略目标：提供全系列的标准光纤随之提供开创性的光纤产品强化该市场的领先地位
- 目前提供的产品：
  - 纯硅芯光纤带聚酰亚胺涂覆层
  - 单模: S1310-P
  - 折射率渐变型多模: GR-S50/125-20P
- 即将推出的产品：
  - 碳涂层光纤
  - 高温丙烯酸聚酯涂层
  - 有机硅/PFA涂层（可溶性聚四氟乙烯）
  - 高温聚酰亚胺以及金属涂层




The Fiber is the Sensor

Single-mode and Multimode Optical Fibers for Sensing in Harsh, Hydrogen Laden Environments

Pure silica core single-mode and multimode fibers that are immune to the damaging effects of hydrogen ingress enable distributed temperature sensing in harsh environments. NuSENSOR graded index multimode fibers are manufactured entirely in-house and every process step is monitored and controlled here, resulting in constant high bandwidth and low attenuation. NuSENSOR fibers provide tight tolerance optical and geometrical specifications measured at application critical wavelengths. For H<sub>2</sub> partial pressures and elevated temperatures present in typical sensing applications you will find no measurable induced loss. NuSENSOR fibers add to a long line of premium fibers from Nufern.

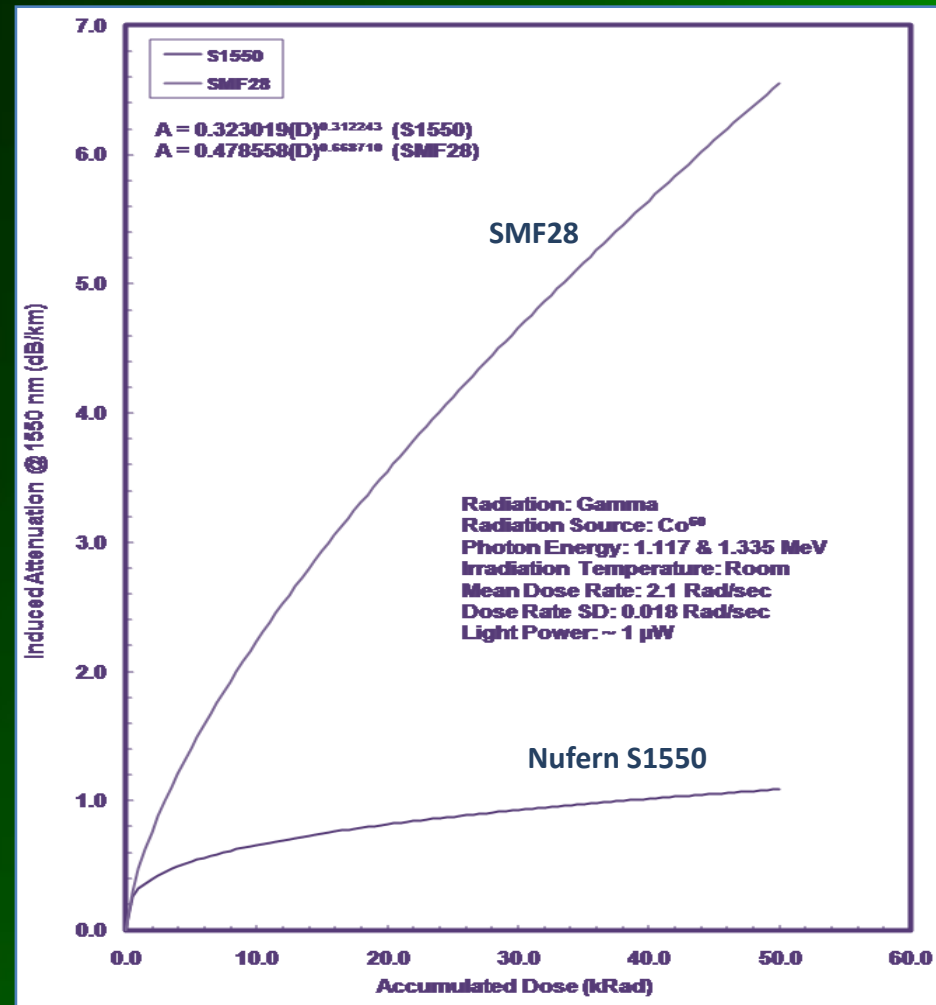
OPTICAL FIBERS — FIBER OVER COLD — DIRECTED ENERGY — FIBER LASERS & AMPLIFIERS



www.nufern.com

# 为什么选择Nufern?

- 在纯硅芯光纤方面拥有专长
  - 世界上抗辐射能力最强的陀螺光纤
  - 三叉戟导弹光纤的独家供应商
  - 紫外到可见UV-VIS光谱光纤的领先者
- 公司具备内部研制生产聚酯涂层（polymer）的专业技能
- 已经开发了两种光纤涂覆层
  - 低模量（Low modulus）陀螺光纤涂覆层
  - 低折射率掺氟丙烯酸酯涂覆层
- 正在进行中的工作是更高温度的丙烯酸酯涂覆层和聚酰亚胺涂覆层



# NuSENSOR S1310-P 光纤技术指标(单模光纤)



**S1310-P**  
Pure Silica Core Select Cutoff SM Optical Fiber



Parameters	Min	Max	Nom	Unit	Compliance
Core Attenuation at 1310 nm	0	0.8		dB/km	Measured
Core Attenuation at 1550 nm	0	0.8		dB/km	Measured
Core NA			0.12		Design
Cutoff	1200	1300		nm	Measured
Mode Field Diameter at 1310 nm	8.6	9.8	9.2	μm	Measured
Mode Field Diameter at 1550 nm	9.6	11.2	10.4	μm	Measured
Core Diameter			8	μm	Design
Clad Diameter	123	127	125	μm	Measured
Core/Clad Offset	0	0.5		μm	Measured
Coating Diameter	150	160	155	μm	Measured
Coating-Clad Concentricity	0	1.5		μm	Measured
Proof test Level	100	122		kpsi	Measured
Operating Temperature Range	-65	300		°C	Design

## Comments

Step or Graded Index: Step Index Profile.

Special Core Dopants: Pure Silica Core.

Coating Requirements: Thermally-cured, polyimide coating.

Environmental Requirements: Hydrogen Resistant.

Other Requirements: Attenuation measured on a loose coil. Coating-clad concentricity <1.5μm is equivalent to (Min Wall/Max Wall) >80%.

- 纯硅纤芯
- 出色的耐氢性
- 聚酰亚胺涂覆 (300 °C 工作)
- 带密封碳涂层可供  
选择 (S1310-CP)
- 表现出耐热性和耐  
化学性
- 出色的长期可靠性



# NuSENSOR 光纤 GR-S50/125-20P 技术指标 (多模光纤)



## GR-S50/125-20P

Pure Silica Core Graded Index Specialty Multimode Optical Fiber



www.nufern.com

Parameters	Min	Max	Nom	Unit	Compliance
Core Attenuation at 850 nm	0	2.7		dB/km	Measured
Core Attenuation at 1060 nm	0	1.8		dB/km	Measured
Core Attenuation at 1300 nm	0	1		dB/km	Measured
Core NA			0.2		Design
Bandwidth at 850 nm	300	5000		MHz-km	Measured
Bandwidth at 1300 nm	300	5000		MHz-km	Measured
Core Diameter	47.5	52.5	50	μm	Measured
Core Non-Circularity	0	5		%	Measured
Clad Diameter	123	127	125	μm	Measured
Clad Non-Circularity	0	1		%	Measured
Core/Clad Offset	0	1.5		μm	Measured
Coating Diameter	150	160	155	μm	Measured
Coating-Clad Concentricity	0	1.5		μm	Measured
Proof test Level	100	122		kpsi	Measured
Operating Temperature Range	-65	300		°C	Design

### Comments

Step or Graded Index: Graded Index Profile.
Special Core Dopants: Pure Silica Core.
Coating Requirements: Thermally-cured, polyimide coating.
Environmental Requirements: Hydrogen Resistant.
Other Requirements: Attenuation measured on a loose coil. Coating-clad concentricity <1.5μm is equivalent to (Min Wall/Max Wall) >80%.

- 折射率渐变设计，纯硅纤芯、包层掺氟
- 出色的耐氢特性
- 聚酰亚胺涂层 (300 °C 工作)
- 密封碳涂层可供选择 (GR-S50/125-CP)
- 表现出耐热和耐化学性
- 极其出色的长期可靠性

# 测试标定石油和天然气传感光纤

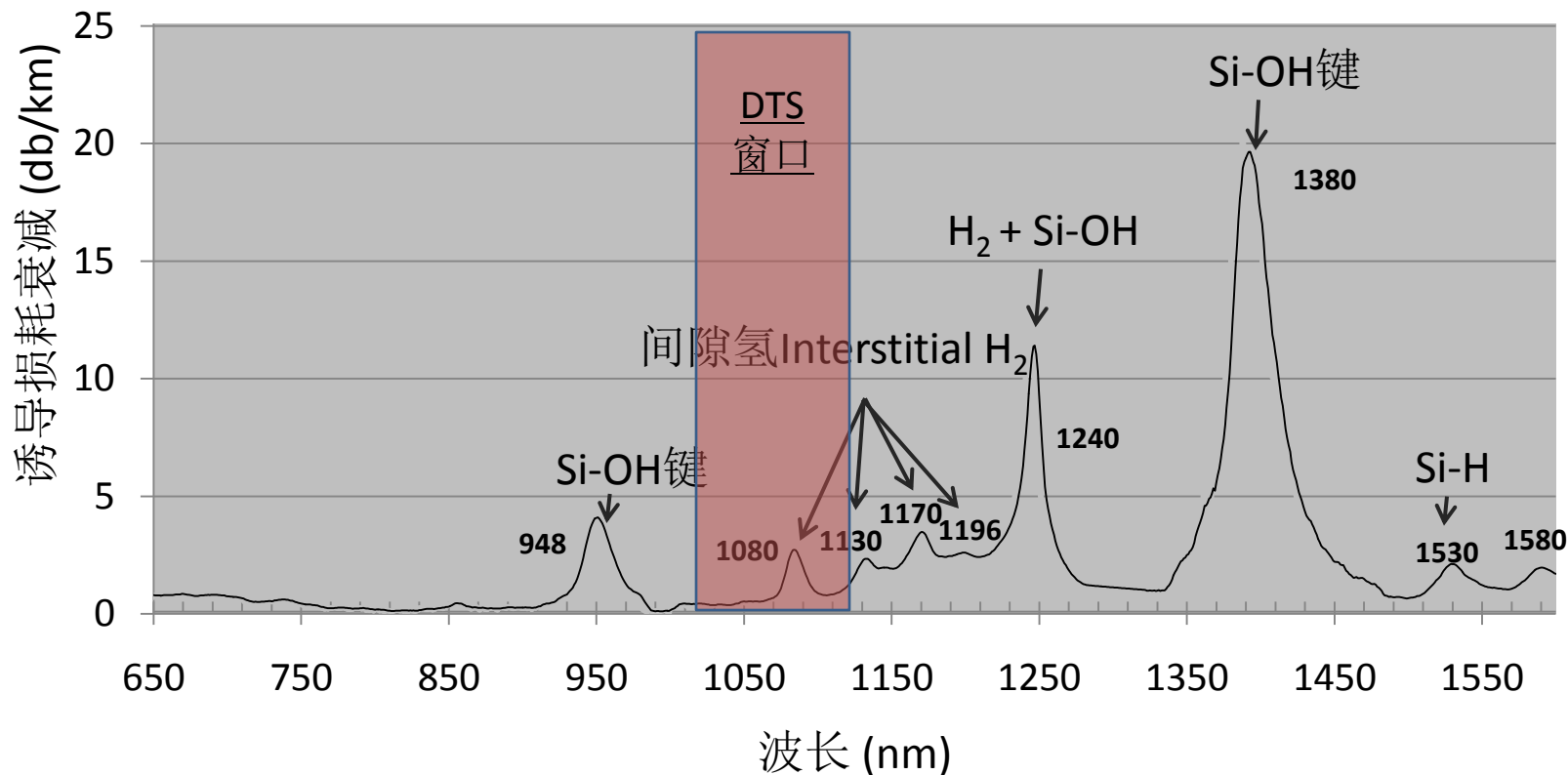
- 标准的光学和几何性能测试
- 耐氢测试:
  - 温度可达 300 ° C
  - 氢分压可达20标准大气压（密封碳涂层100atm).
- 聚酰亚胺涂覆光纤涂层的质量和长期可靠性测试
  - 额定温度和可固化度
  - 抗拉强度（7天浸水实验前后）
  - 应力腐蚀参数Stress corrosion parameter (n-值)
- 耐化学性泵液测试
  - 异丙醇& 甲苯测试

# 耐氢测试实验装置

- 压力容器能够容纳多跟光纤头对(Head-to-head)测试比较
  - 压力可达150标准大气压
  - 温度可达 300 ° C
  - 纯氢气或者氢/氦混合气体 H<sub>2</sub> or H<sub>2</sub>/m mixtures
- 周期性在线记录Periodic In-Situ Logging
  - 光谱衰减 (600nm to 1600 nm)
  - 光源功率监控—通过氢气容器外部的参考光纤
- 24 x 7 安全工作特性，具有故障指示功能



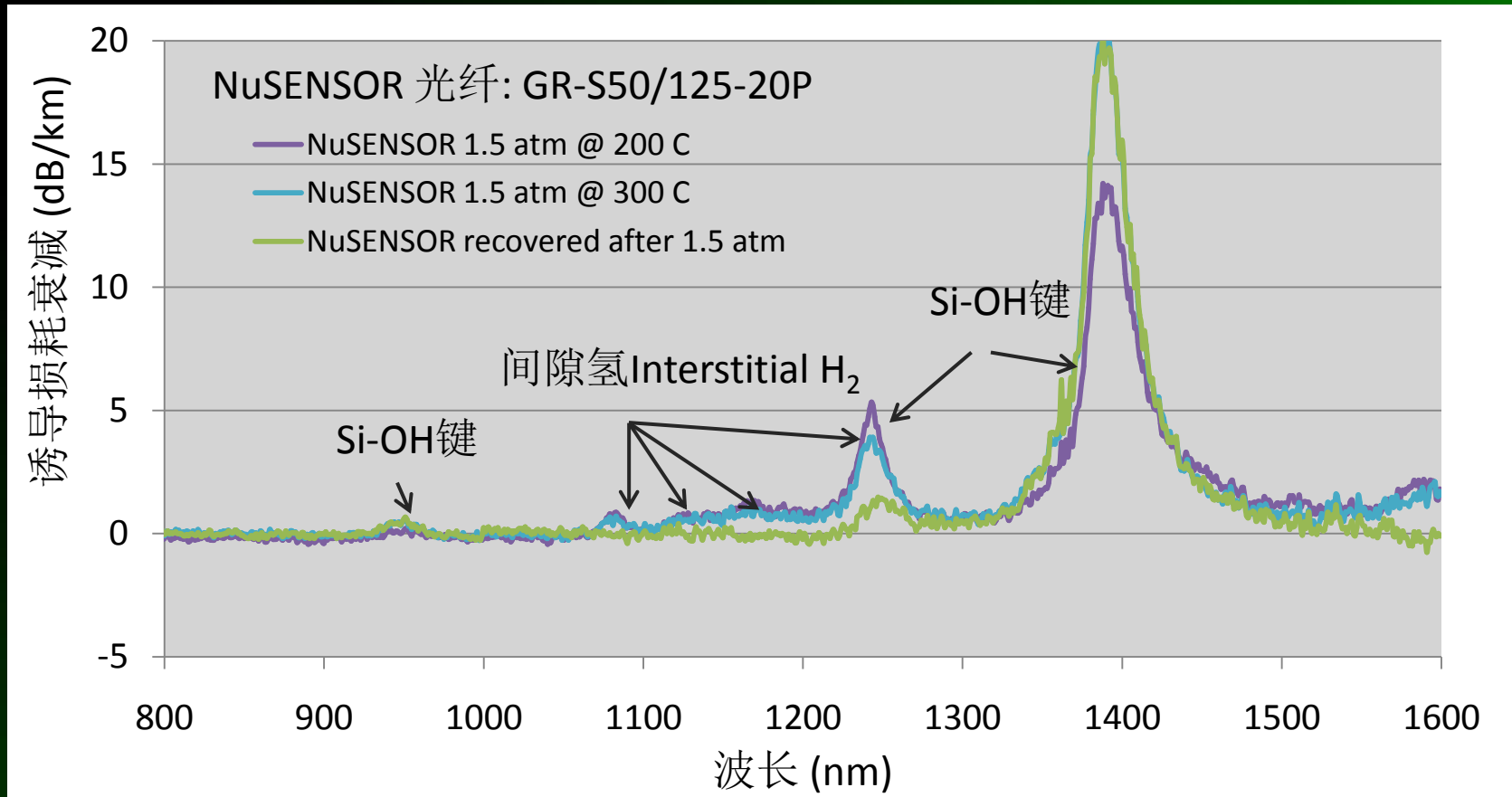
# 耐氢测试 (Hydrogen Resistance Testing)



- 监控所有光谱尖峰，这些光谱尖峰归因于间隙氢分子H<sub>2</sub> 和Si-OH键
- 监控氢气入侵导致的损耗，针对DTS系统应用的典型波长
- 对比 NuSENSOR 光纤和竞争对手生产的非碳密封涂层的多模光纤

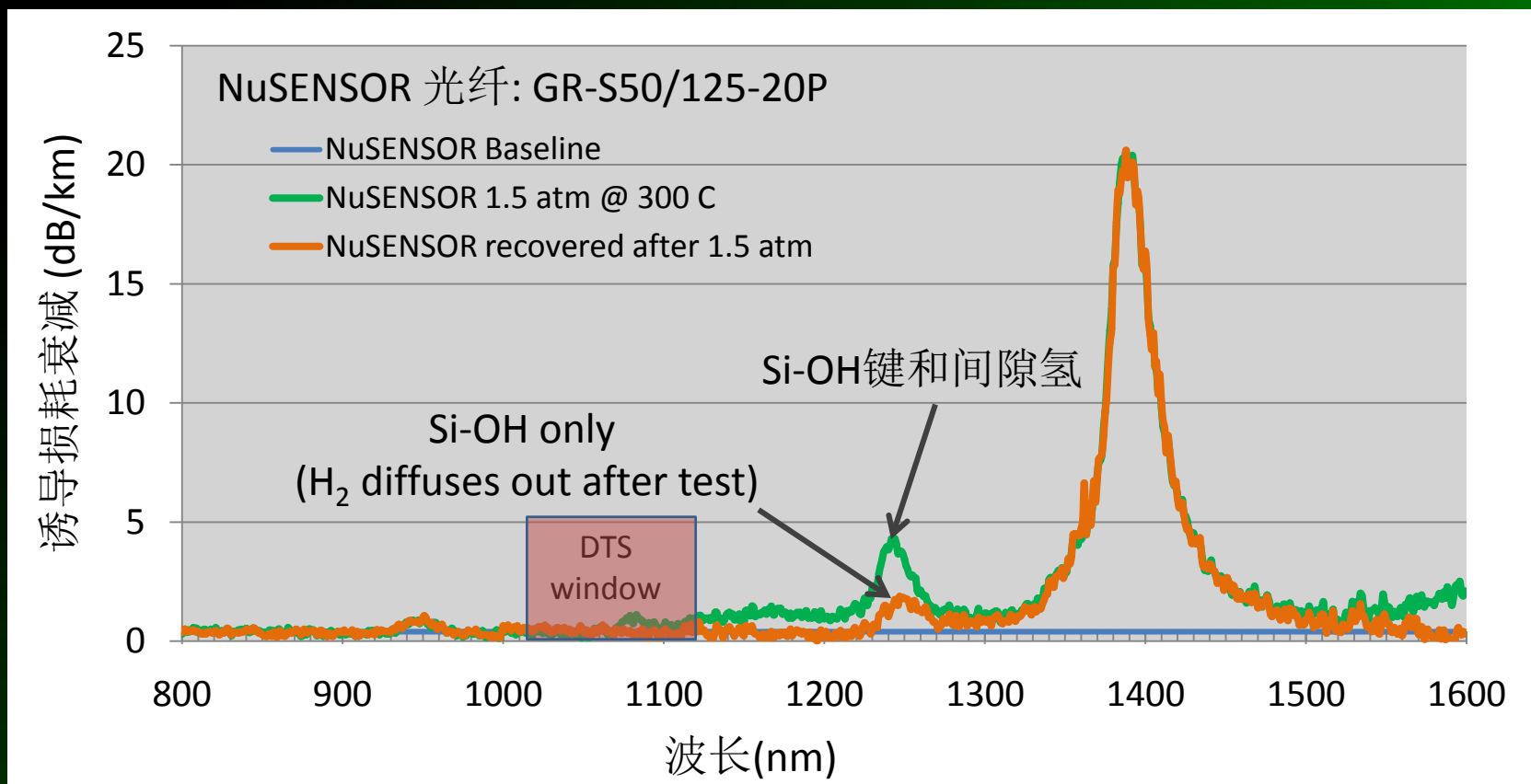


# 高温条件下的耐氢测试



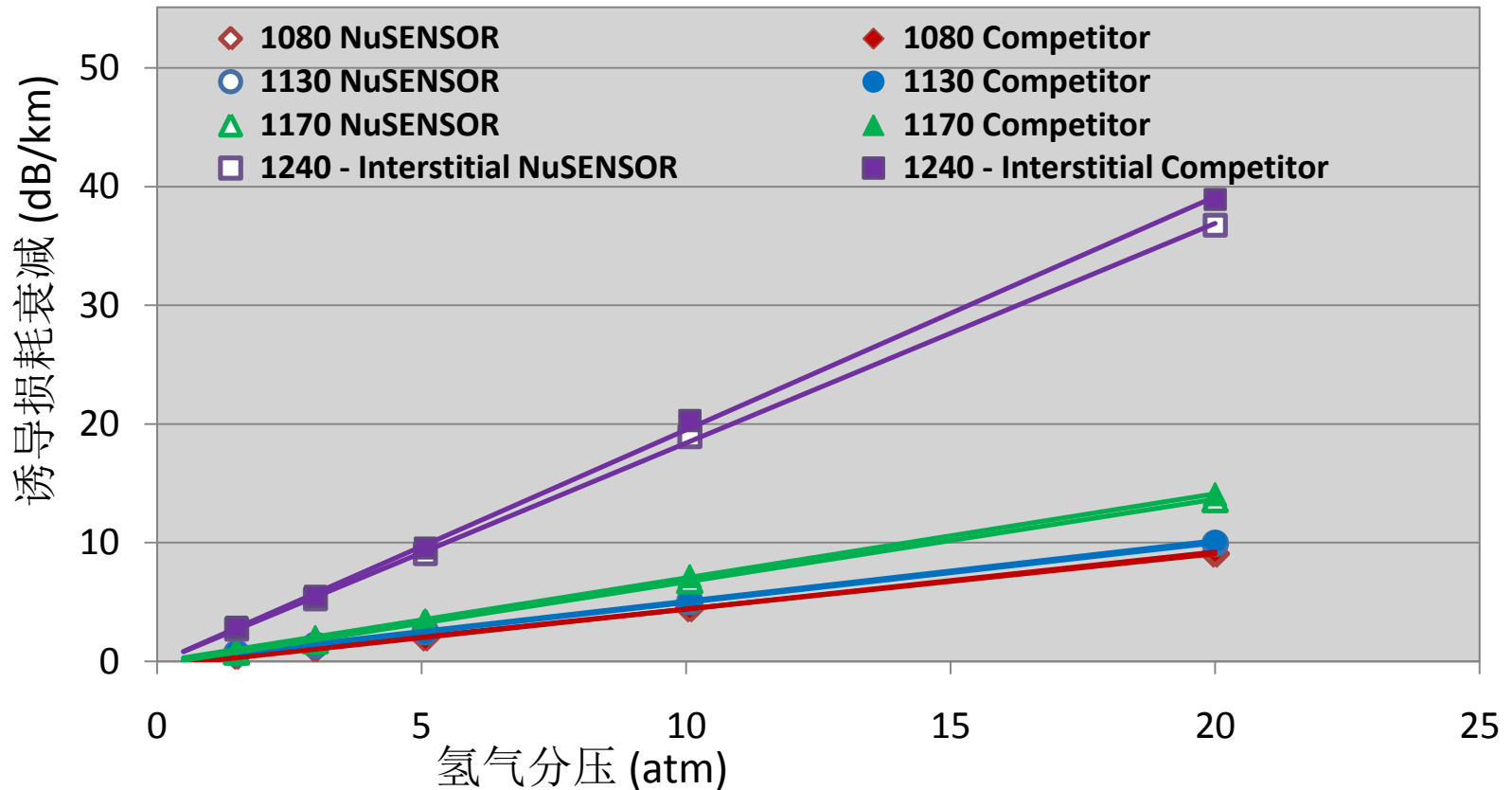
- 高温对间隙氢分子 (Interstitial H<sub>2</sub>) 影响和常温类似 (200 °C 和 300 °C)
- 随着温度的提高, 氢气侵入带来的损耗有轻微下降。
  - 和氢在石英 (silica) 中的溶解度下降相吻合

# 间隙氢的影响（Interstitial Hydrogen）



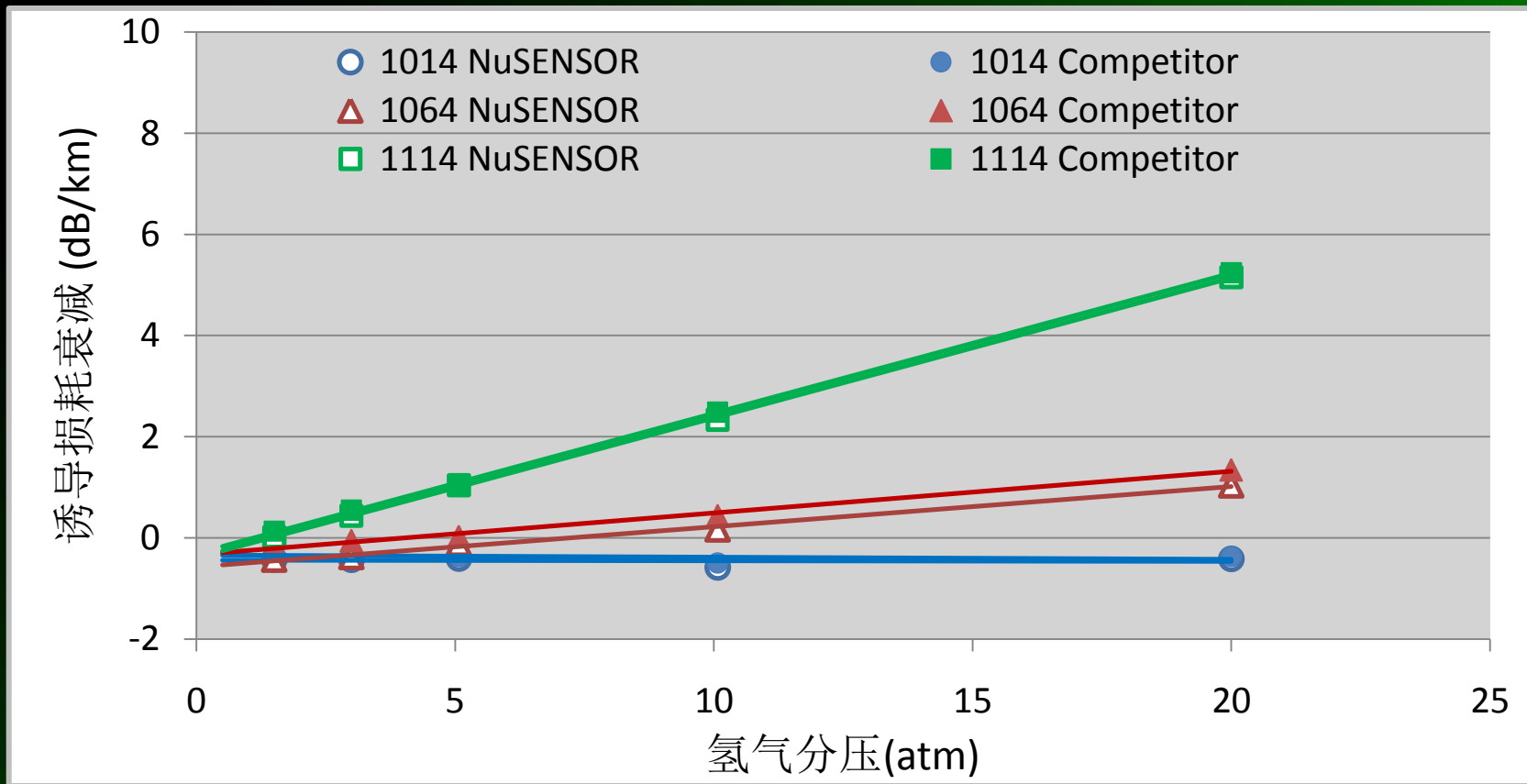
- 导致损耗的诱因是间隙氢分子（interstitial H<sub>2</sub>）是完全可逆的
- 溶解的氢原子和硅（silica）发生反应，形成Si-OH键，同时在 948 nm, 1240 nm 和1380 nm波长处留下永久性的诱导损耗
- 因为H<sub>2</sub>扩散的原因，在波长1240nm处产生的“诱导损耗”出现了下降的现象

# 氢在石英（Silica）中的溶解度温度300 ° C



- 诱导损耗和H<sub>2</sub>的溶解度相关，并且随着井内氢气的分压上升而增大
- 氢的溶解度是石英的一种基本性质，NuSENSOR光纤和竞争对手的光纤并无不同的性能表现。

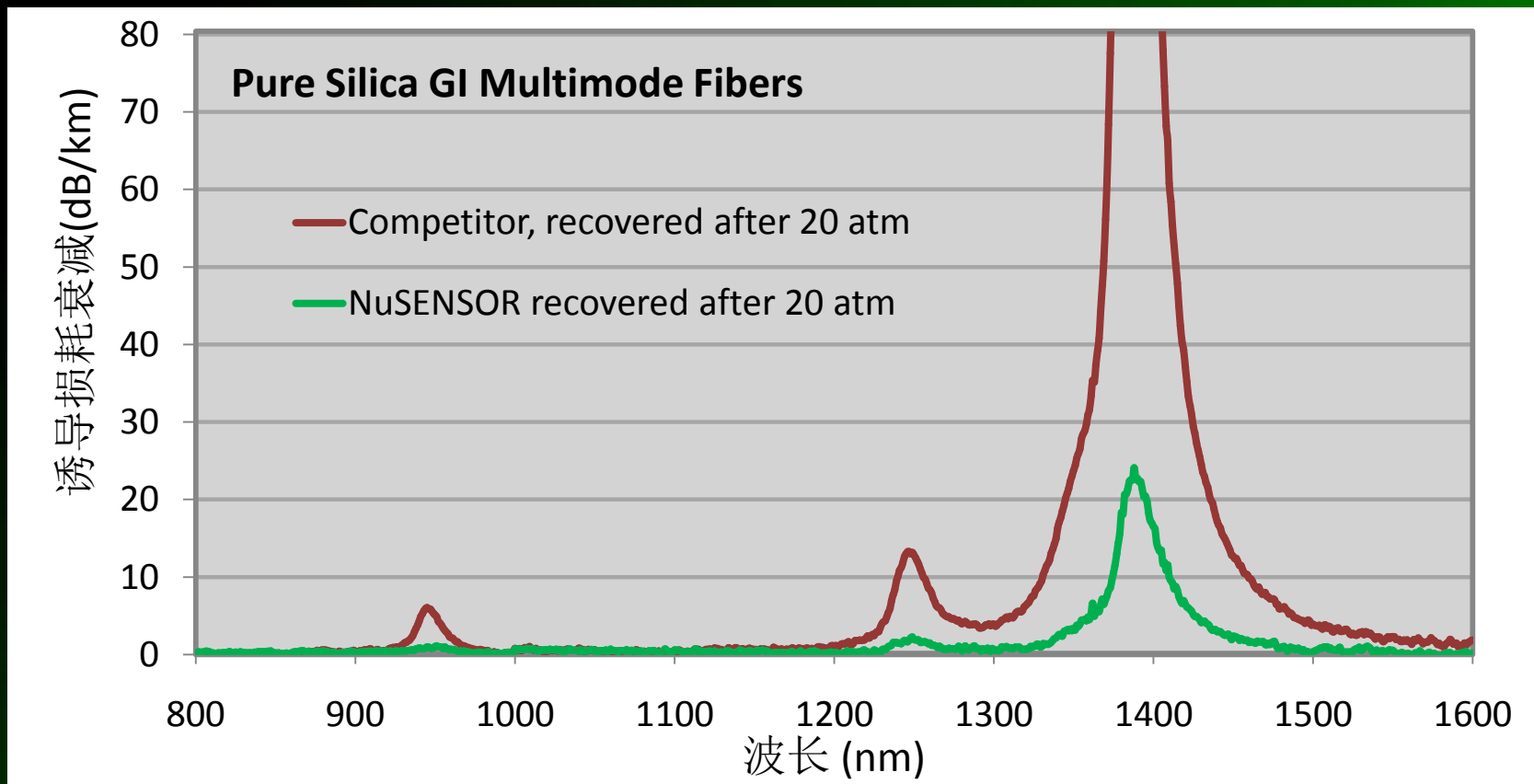
# 典型的DTS波长处的诱导损耗



- 间隙氢H<sub>2</sub> (1080nm & 1130nm) 导致的诱导损耗于1064nm & 1114nm
- 典型环境导致的诱导损耗 (1 atm H<sub>2</sub>) 很小并且可逆 (可恢复)
- Si-OH 键的形成 (950 nm) 对1014 nm处的损耗没有影响
- NuSENSOR 光纤和竞争对手的光纤表现一样出色

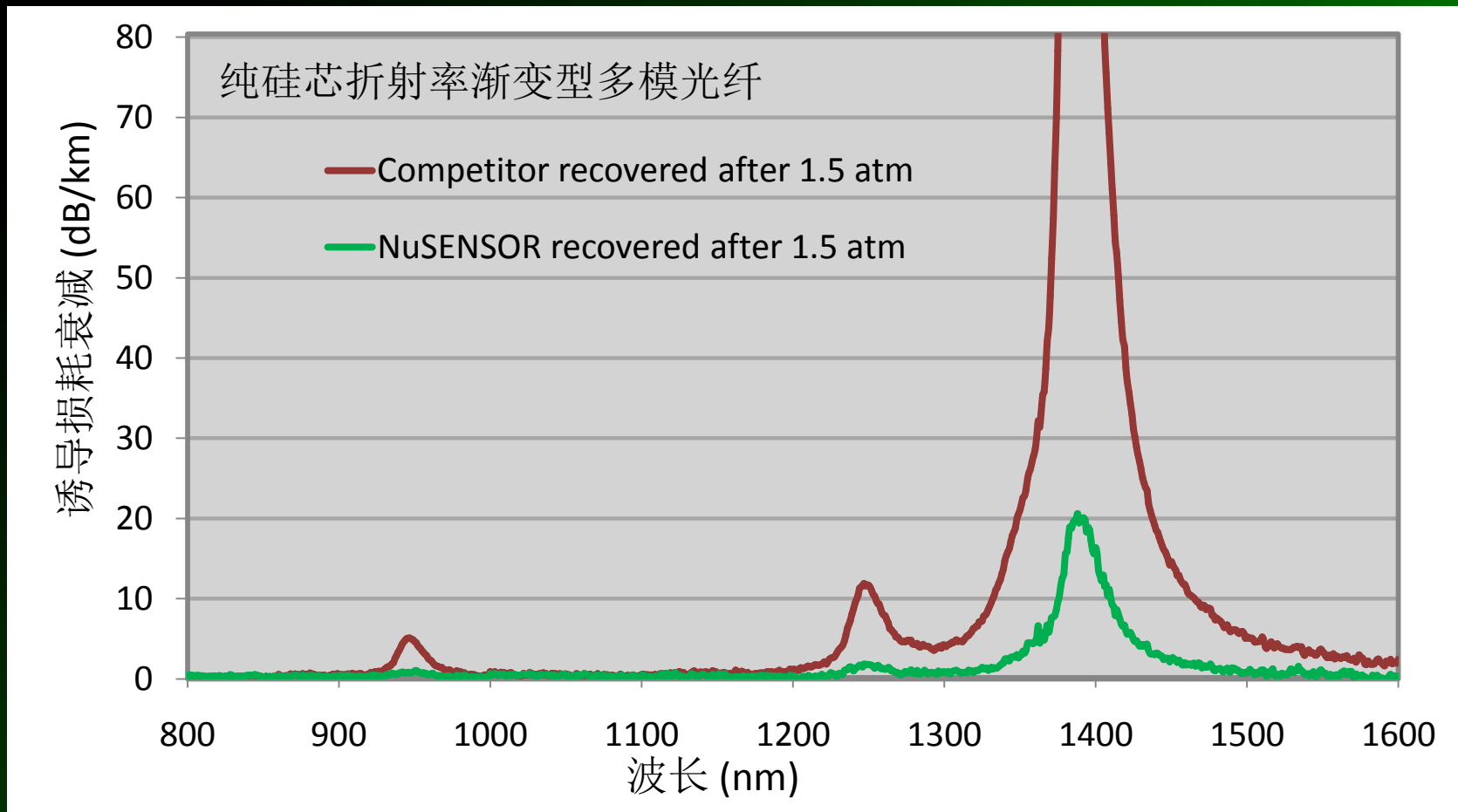


# 因为Si-OH 键形成导致的永久性诱导损耗



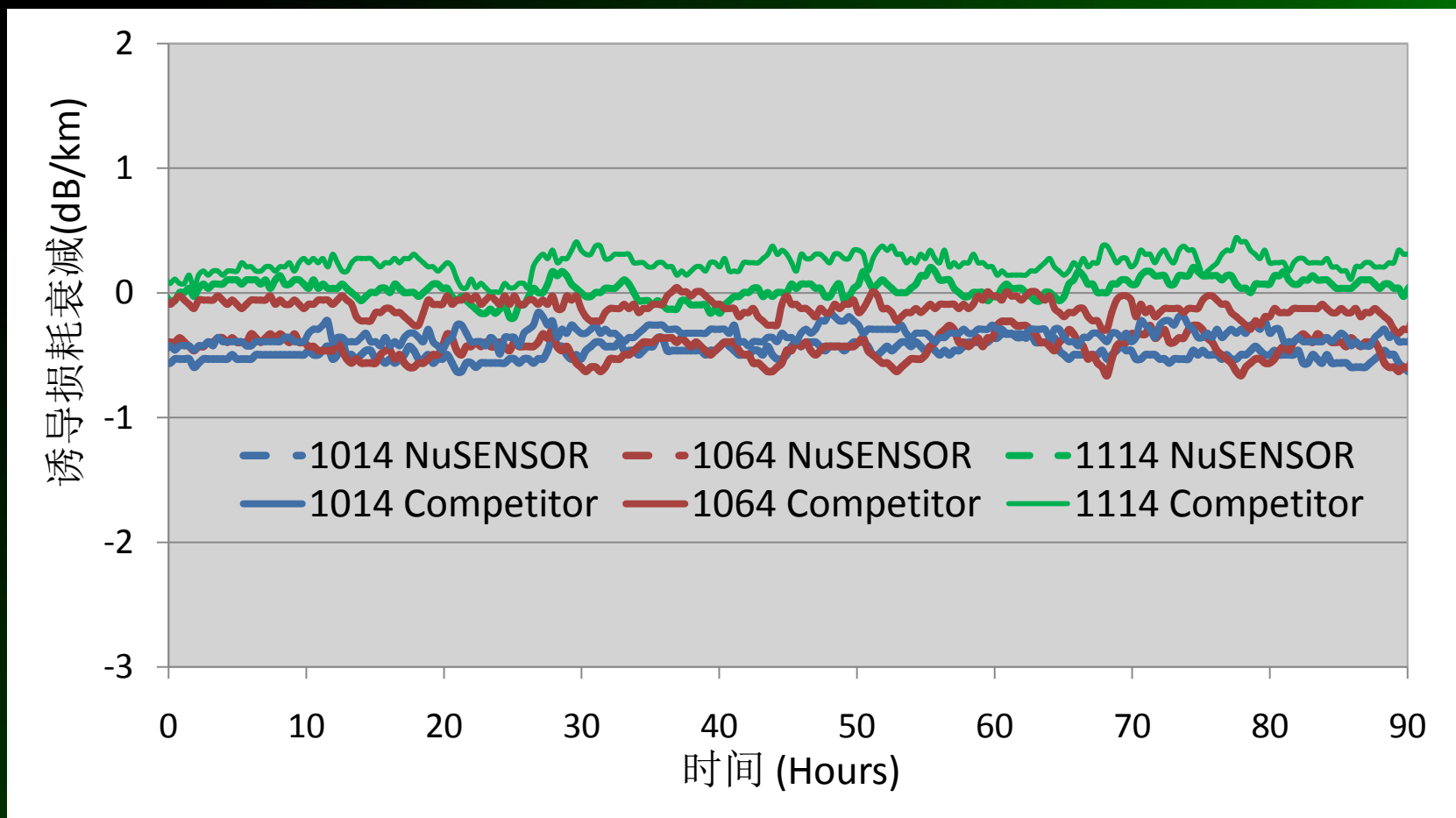
- NuSENSOR光纤展示了非常明显的低永久性诱导损耗
- 使用NuSENSOR GR-S50/125-20P光纤，能够期待的是，在反斯托克斯波长处，永久性的损耗增加几乎可以忽略
- NuSENSOR光纤的玻璃组分优于竞争对手的玻璃组分

# Si-OH键相关的损耗在典型的油井环境中



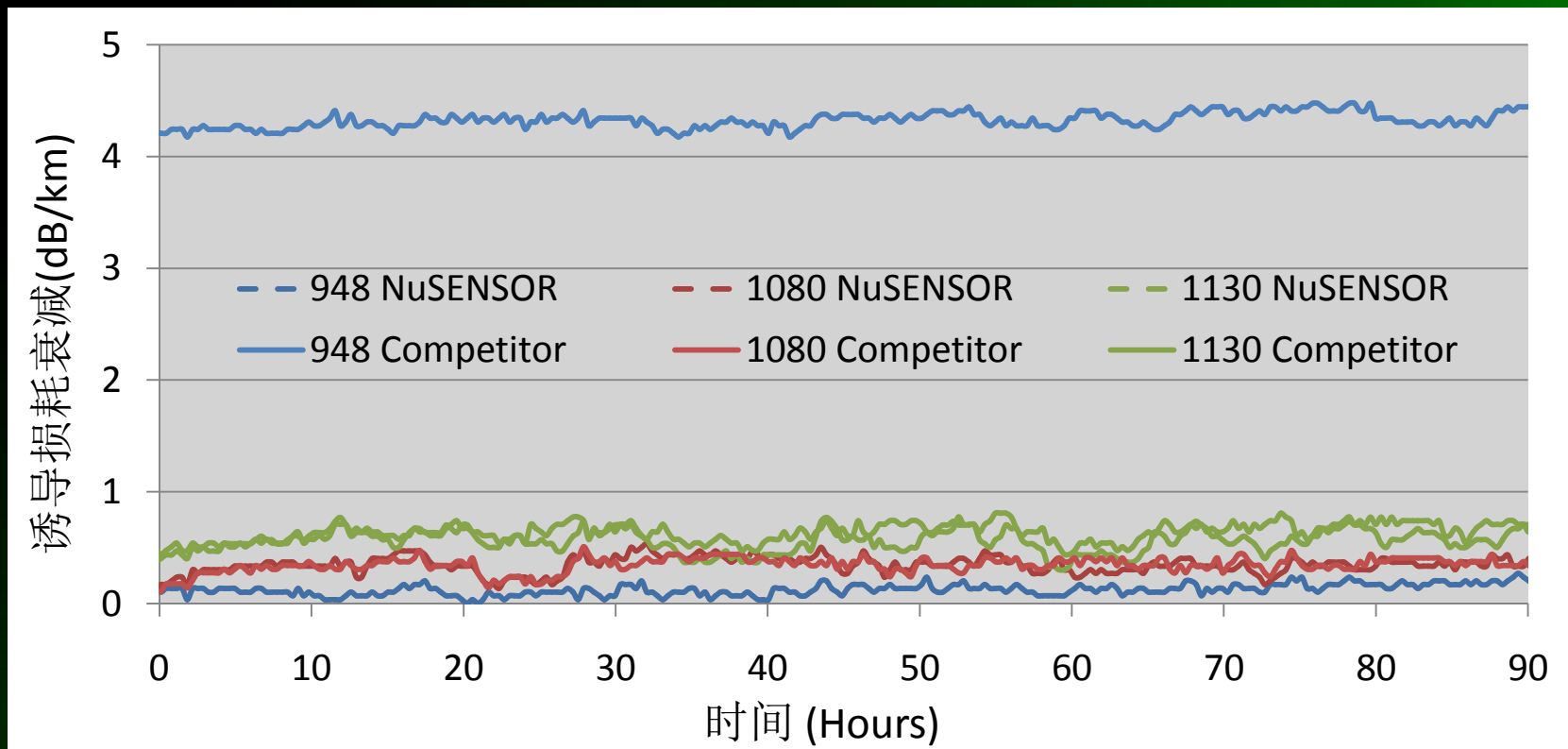
即便在典型的氢含量水平的油井中，竞争对手的光纤因为Si-OH键的形成，导致了非常可观的诱导损耗

# 1.5标准大气压 H<sub>2</sub> 高温300 °C 耐氢测试(DTS 波长)



- 在典型的DTS波长处，没有明显的诱导损耗衰减
- NuSENSOR光纤和竞争对手的光纤表现一样好

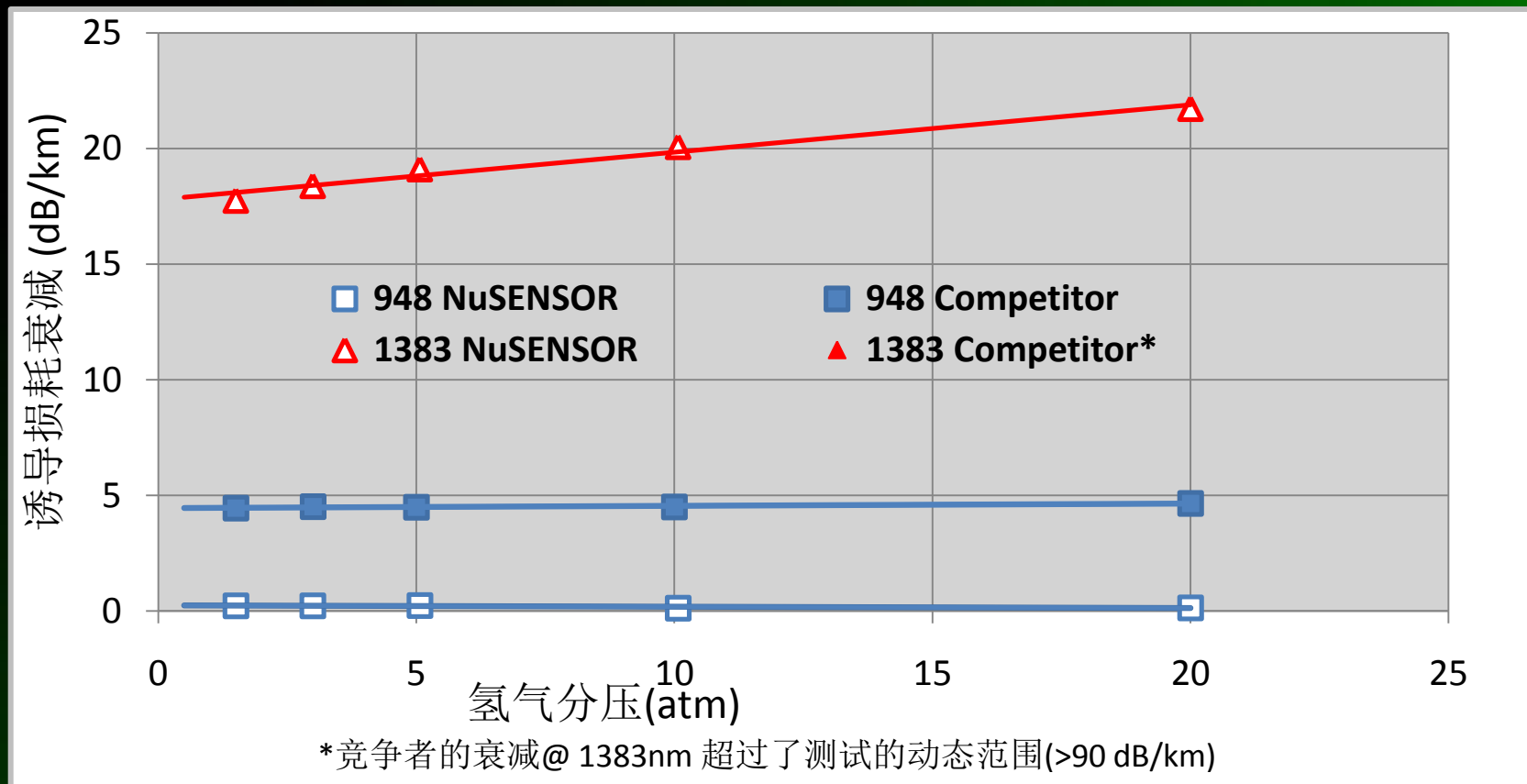
# 吸收峰的稳定性对DTS 波长的影响



- Si-OH键和间隙氢 的吸收峰能够影响典型DTS波长处的损耗
  - 948 nm (Si-OH影响反斯托克斯波长(1014 nm))
  - 1080 和1130 nm (间隙氢) 影响信号光 (1064 nm)和斯托克斯光波长 (1114 nm)
- 由于 948, 1080 和 1130 nm的损耗稳定,DTS 波长处的损耗在光纤长期暴露于典型环境中将不会增加



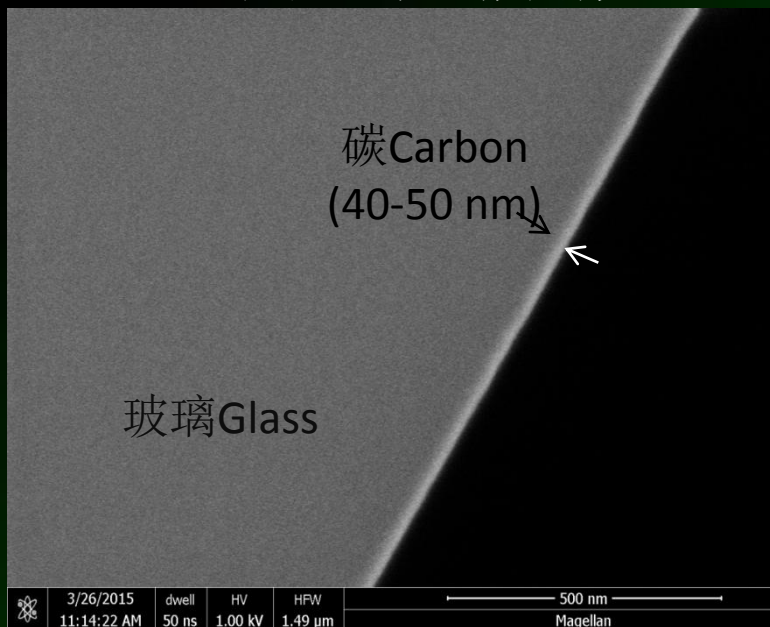
# 高氢气压力情况下的加速老化测试



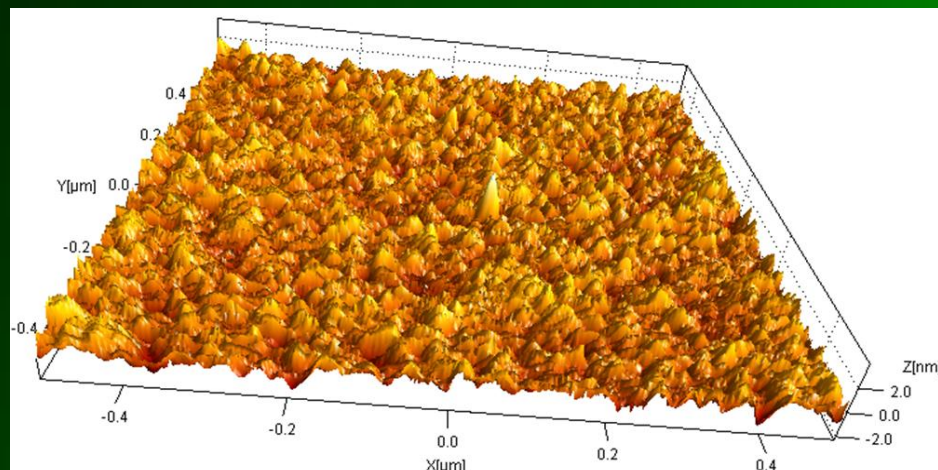
- 948 nm的损耗可以通过将光纤暴露于高压氢气的条件下进行老化测试
- 948 nm的诱导损耗在高达 20 atm情况下处于很低的水平，这表明NuSENSOR将会具有非常好的长期可靠性

# 密封碳涂层

SEM 扫描电子显微图像

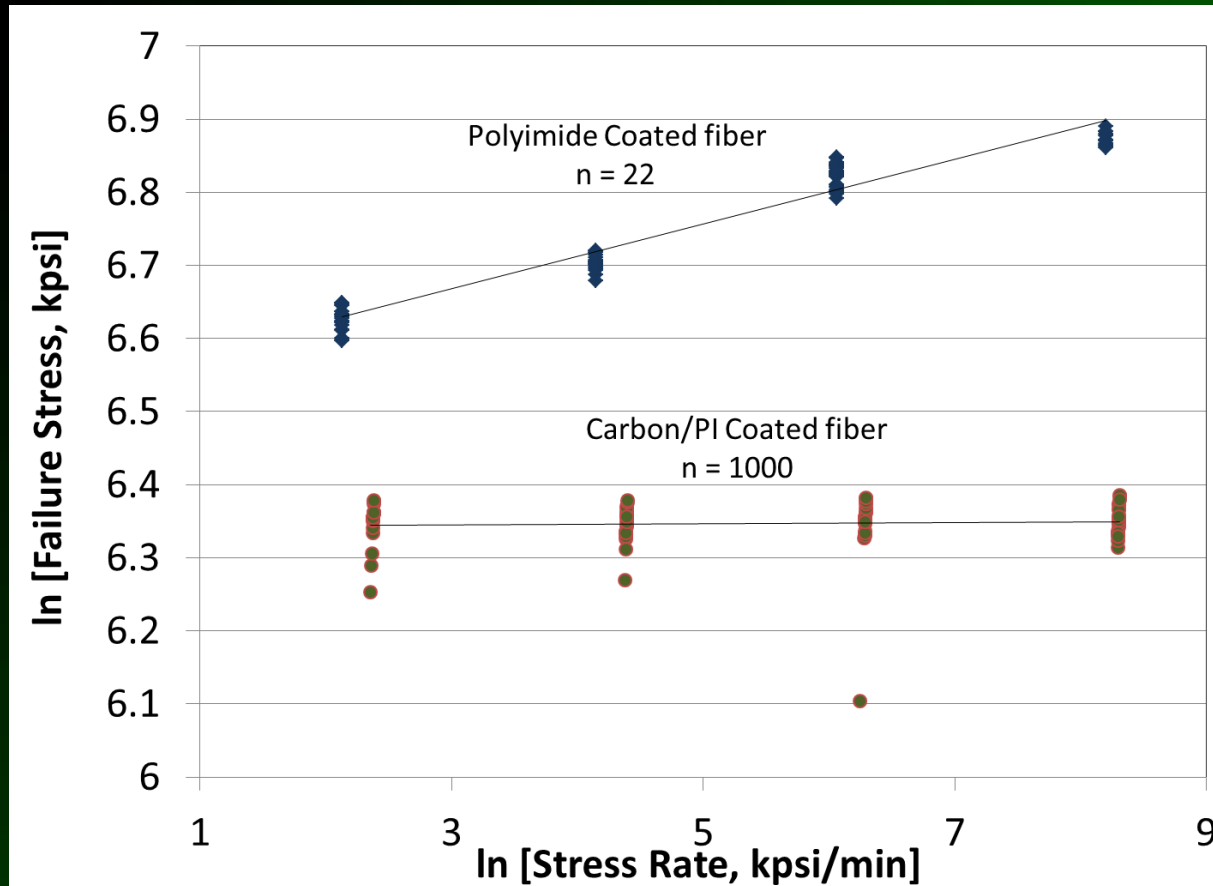


原子力显微图像



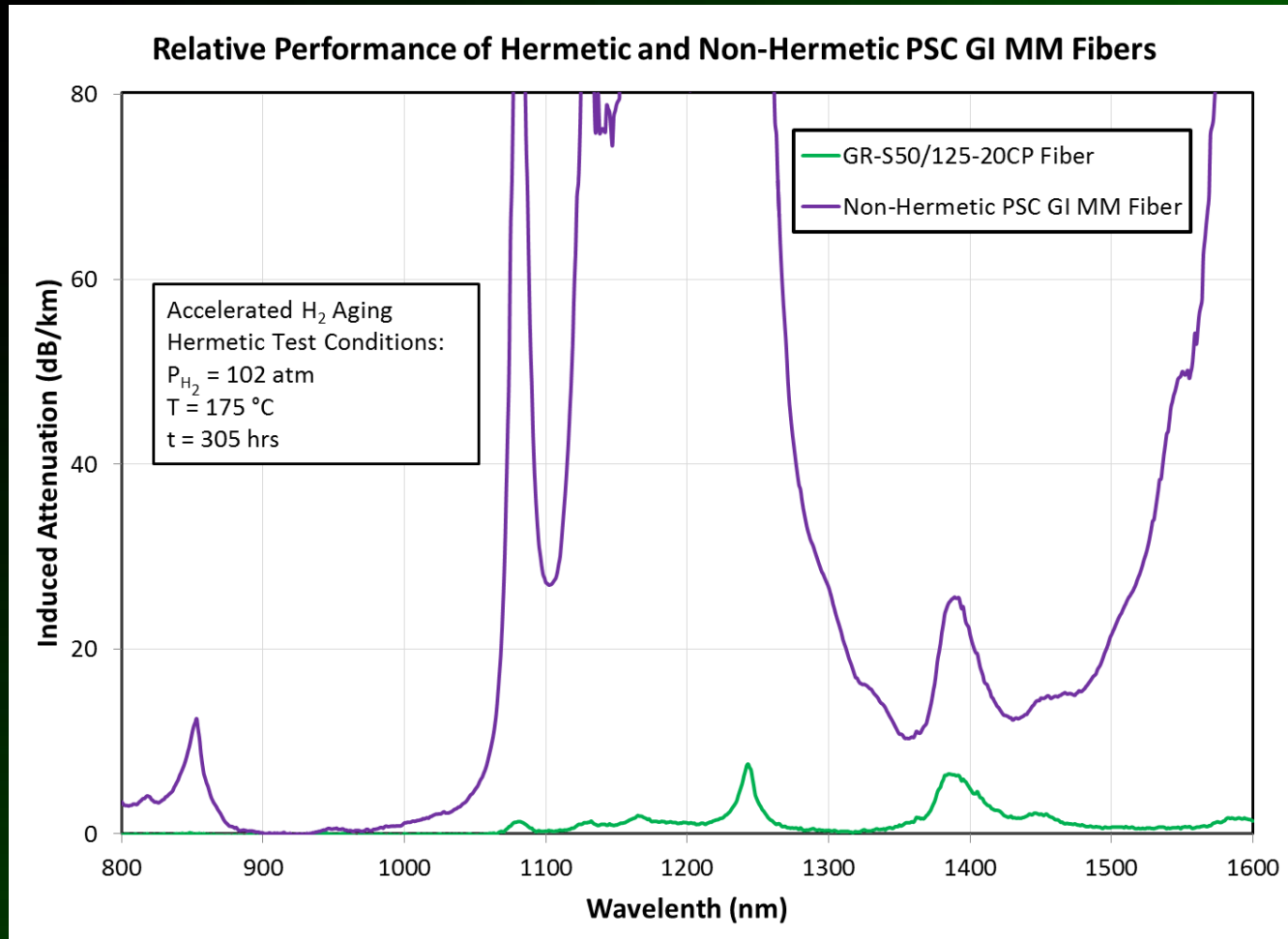
- Nufern 开发了一种密封碳涂层能够用于连接（牵手）于不论是聚酰亚胺涂层还是中等温度丙烯酸酯涂层
- 密封碳涂层具有耐氢气侵入特性，同时增强了光纤的耐动态疲劳性

# 碳涂覆光纤的耐疲劳性



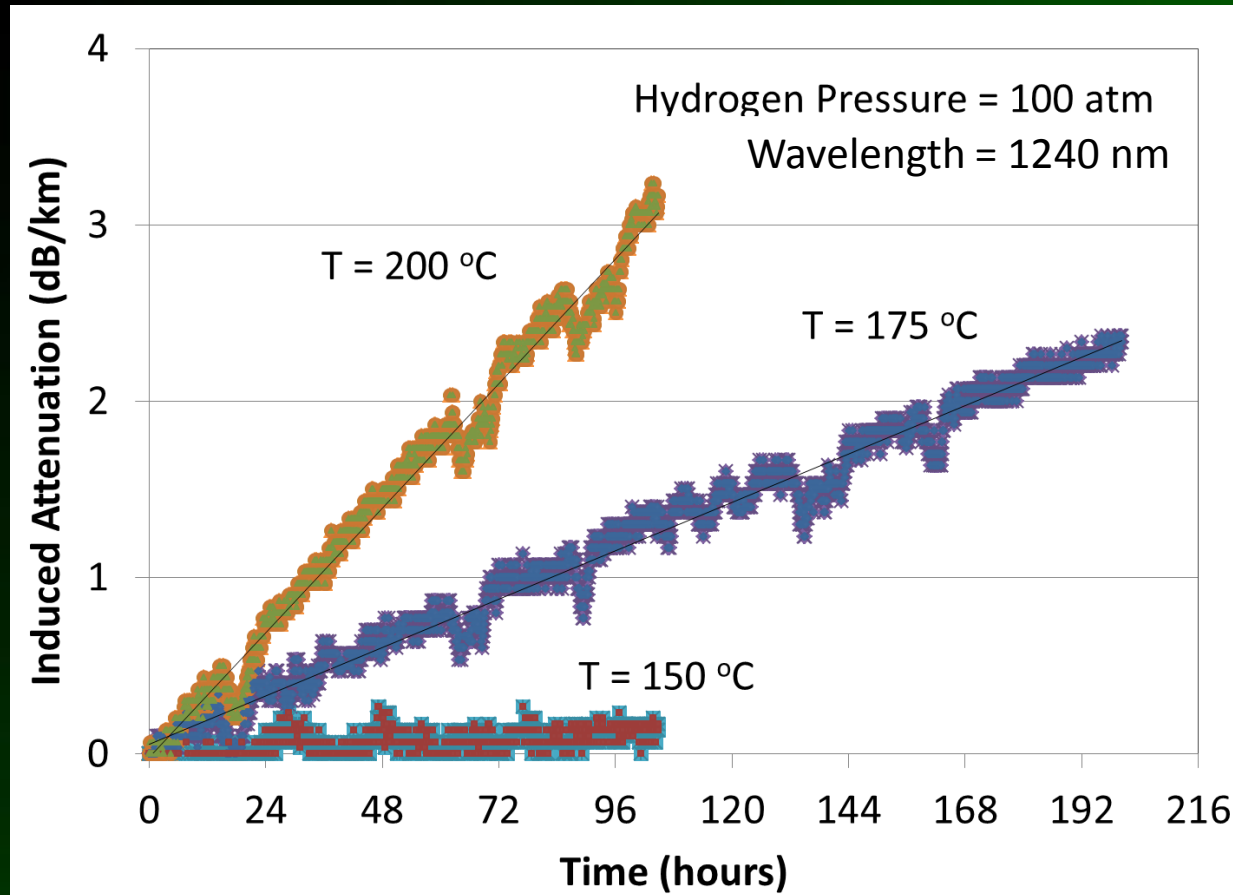
- 密封碳涂层光纤大幅度提高光纤的应力腐蚀参数（stress corrosion parameter）（n-值）
- 碳涂覆光纤的韦伯强度（Weibull strength）比无碳涂层的光纤要低这是一个共识

# 耐氢气侵入能力（H<sub>2</sub> Ingression）（在线跟踪测试）



- 密封碳涂层能够大幅度降低氢气的侵入到光纤内部的能力
- 当温度超过150-200 °C时，耐氢气侵入能力快速下降

# 耐氢能力和温度的关系



- 氢气通过碳涂层的扩散率和温度高度相关
- Nufern正在进行一项工作，致力于提供一个模型对氢气扩散率和温度以及氢分压之间的函数关系



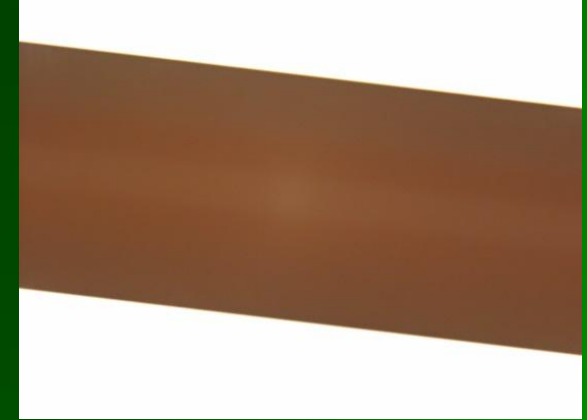
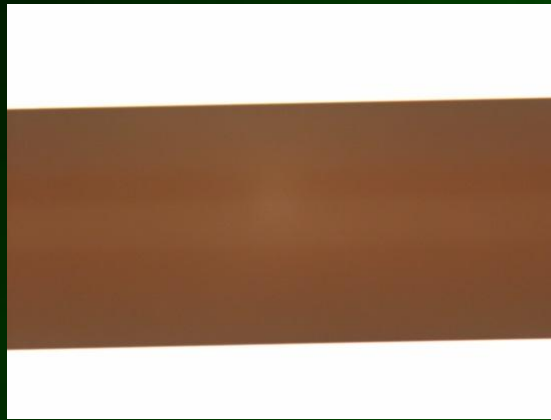
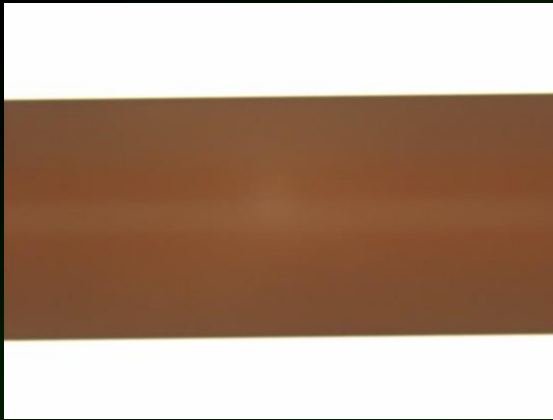
# 聚酰亚胺涂覆层的质量

未烘烤前

15分钟后

30分钟后

400 ° C 烘烤



- 300 ° C 高温下的热烘烤以及耐硫酸测试（sulfuric acid）是测试聚酰亚胺涂覆层质量的好的方法
- 显微镜检Nufern聚酰亚胺涂覆层光纤显示在400 ° C高温烘烤达30分钟的情况下没有起泡的现象
- 已经进行长期 300 ° C 烘烤的测试计划

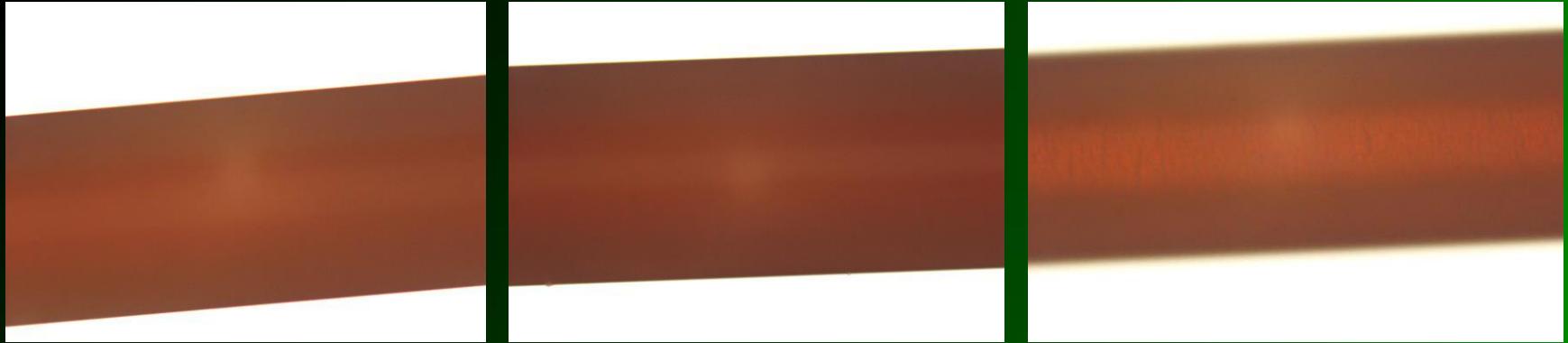
# 聚酰亚胺涂覆层-固化度 Degree of Cure

未浸泡前

2分钟后

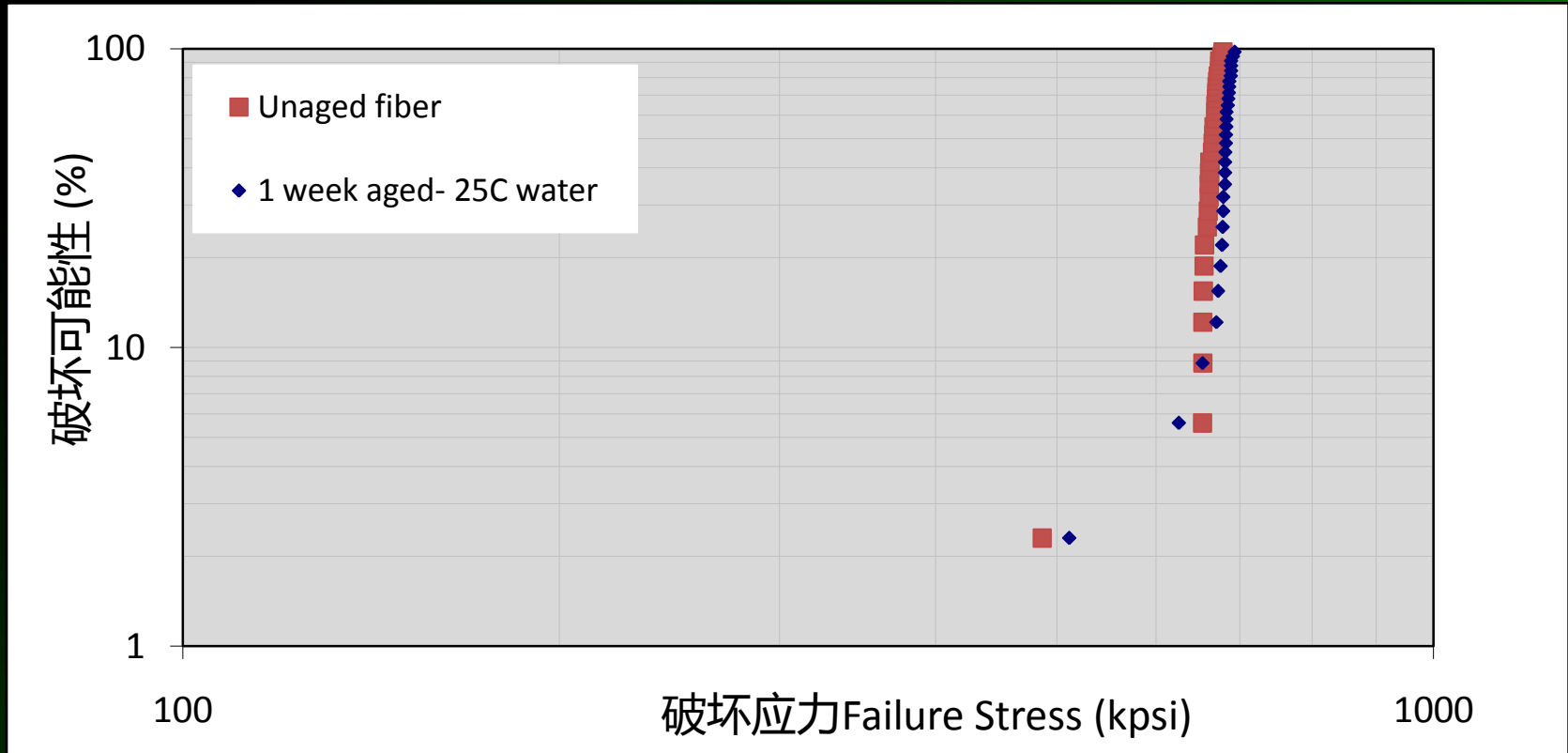
4分钟后

H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>硫酸



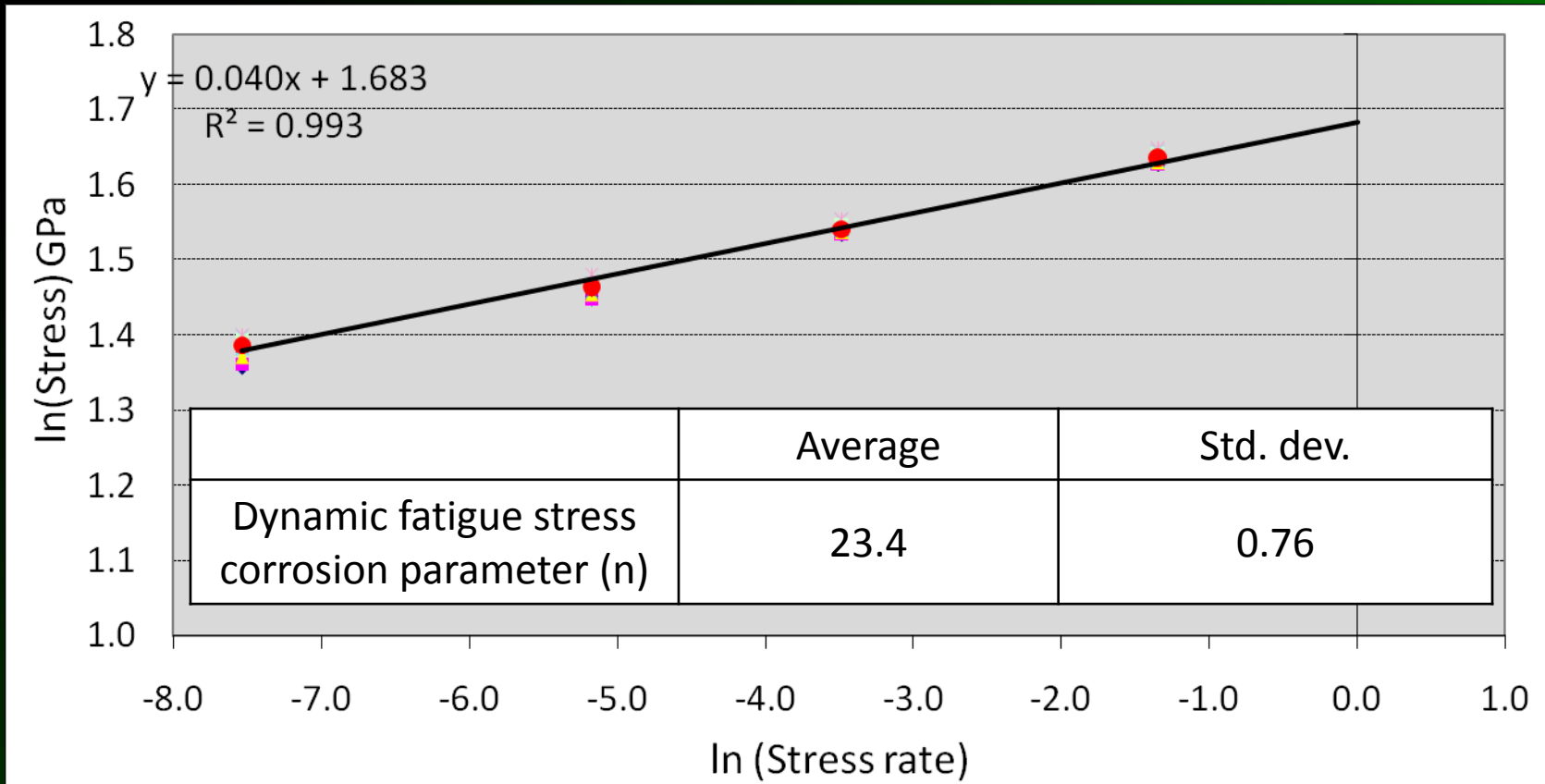
- 室温情况下浸泡于硫酸是测试聚酰亚胺涂覆层的固化度的好方法
- 显微镜检显示，超过4分钟的硫酸浸泡后涂覆层没有“劣化”的现象，测试表明聚酰亚胺涂覆层得到了完全的固化

# 抗拉强度测试- 聚酰亚胺涂覆NuSENSOR 光纤



- 展示了出色的中等破坏强度 680 kpsi
- 在高达500 kpsi的抗拉应力下，破坏可能性极低
- 经过25° C 水浸泡7 天后对光纤抗拉强度的影响可忽略

# 聚酰亚胺涂覆光纤的应力腐蚀参数



- 高的High  $R^2$  值意味着n-值的高可置信度
- n-值 > 23 表明了聚酰亚胺涂覆光纤出色的长期可靠性
- Nufern公司的聚酰亚胺涂覆光纤超越了Telcordia标准n-值 > 18

# 聚酰亚胺涂层耐IPA（异丙醇）蒸汽测试

## 实验装置



- 不锈钢管的1/3<sup>rd</sup> 充满 IPA (ACS 纯度等级).
- 加热到50degC 聚酰亚胺涂层光纤暴露于 IPA 蒸汽

测试前

24小时后

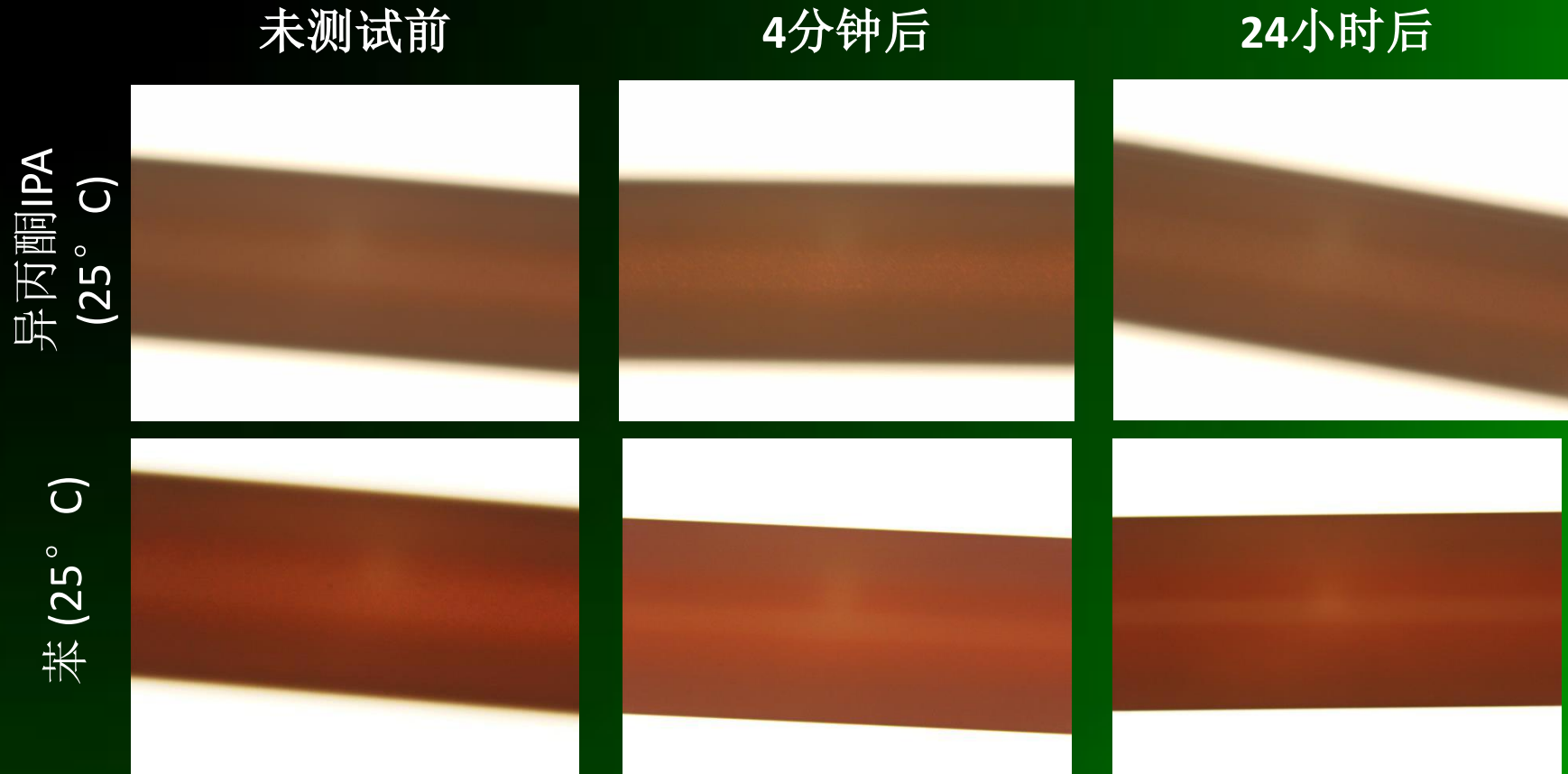
IPA异丙酮  
(50° C 蒸汽)



- 显微镜检显示没有涂覆层劣化现象
- 出色的长期可靠性可以期待，暴露于井下相似的环境中



# 聚酰亚胺涂层的耐泵液测试

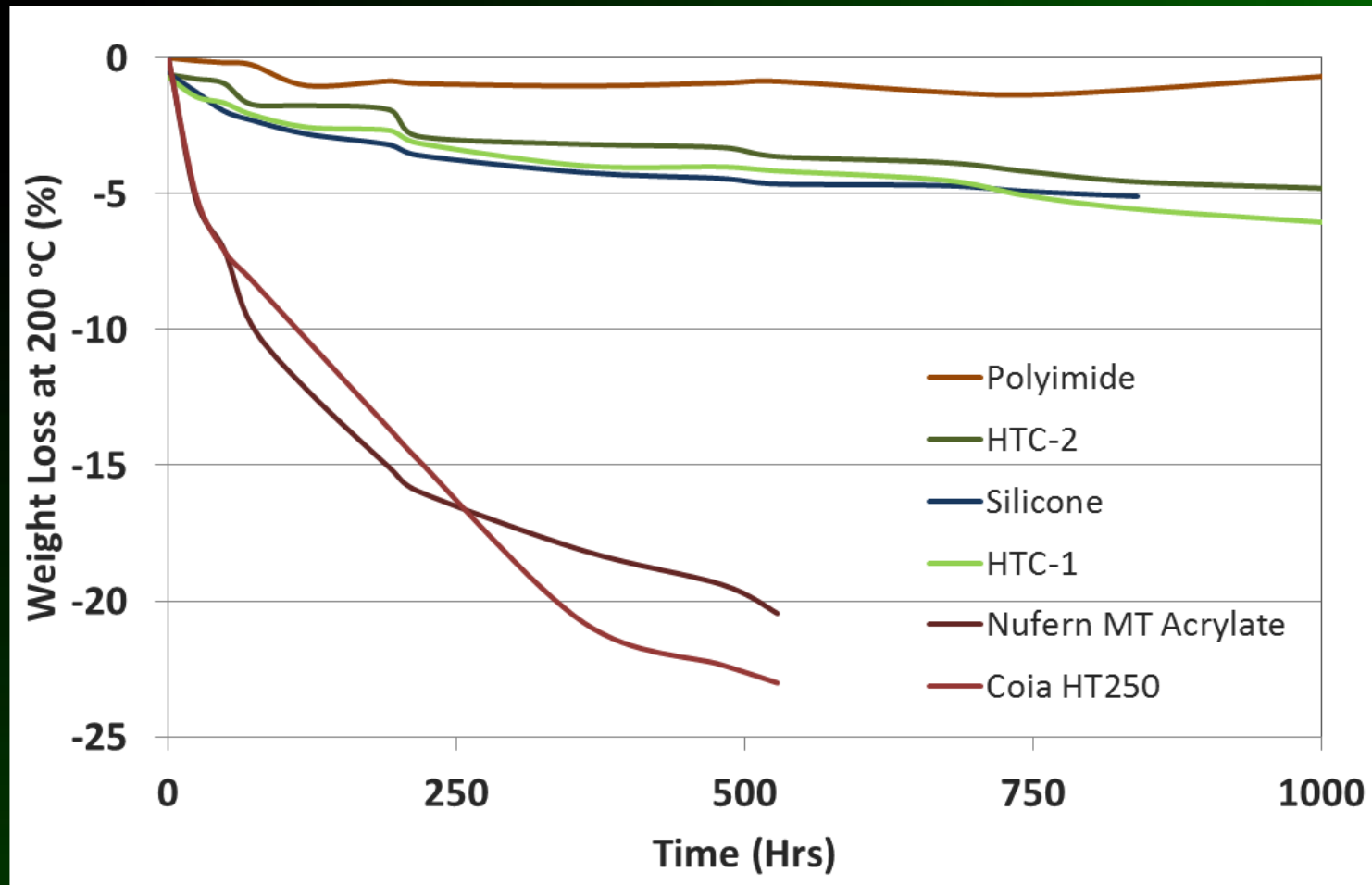


- 显微镜检显示没有涂覆层劣化现象
- 出色的长期可靠性值得期待

# 高温紫外固化（UV Curable）涂覆层

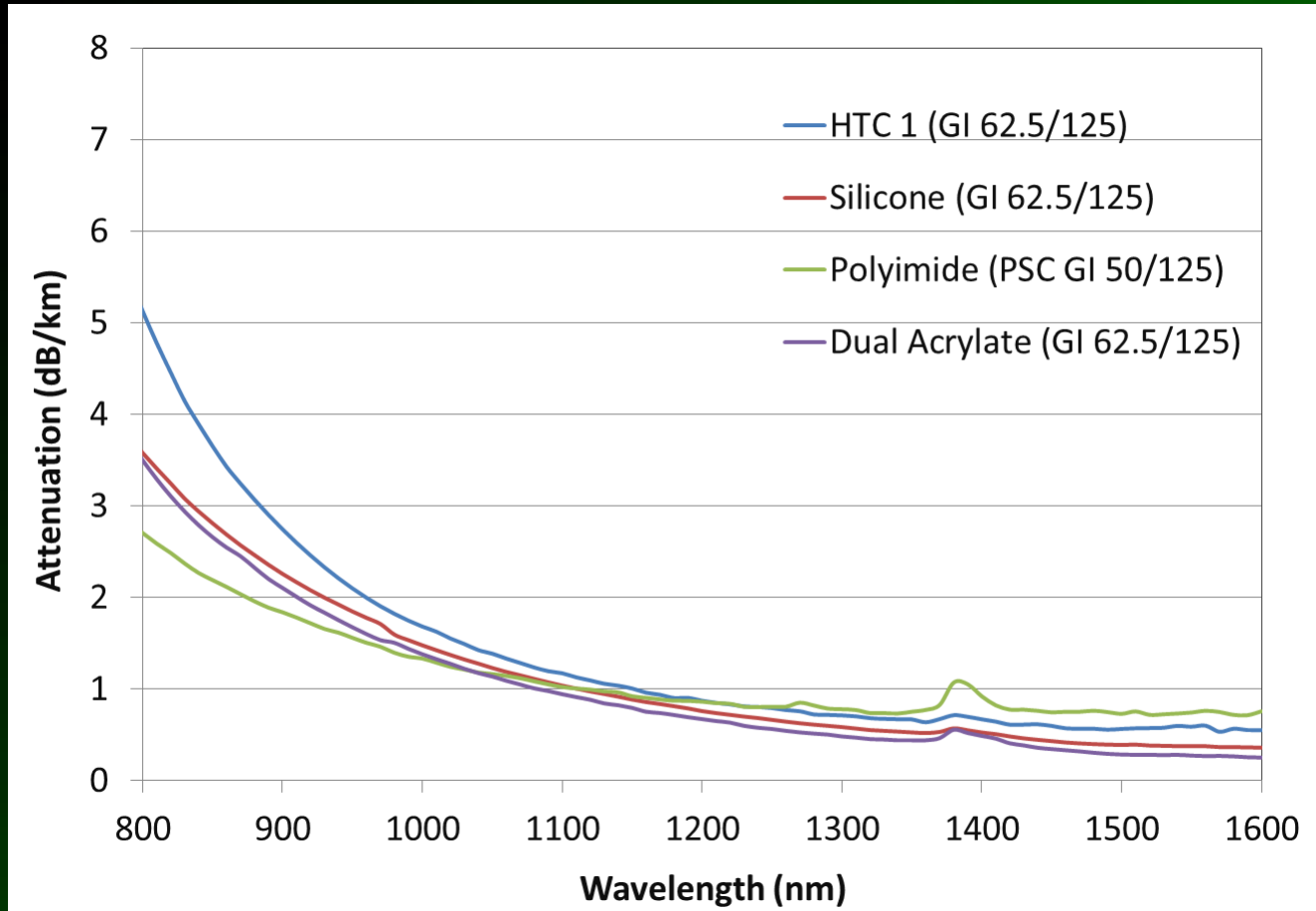
- 丙烯酸聚酯涂覆层的氧化诱导温度大约为~200 °C，在超过 150 °C条件下表现开始变差
- 有机硅涂覆层（Silicone coatings）通常被用于可达 200 °C
  - 需要保护性的缓冲层例如PFA材料（全氟烷氧基树脂）
  - 实际现场应用困难，不能采用紫外固化的方式涂覆
- 对于中等温度工作范围的应用，聚酰亚胺涂覆光纤是一种过于昂贵的解决方案
- Nufern正在开发一种能够紫外固化的涂覆层，温度性能和有机硅类似，同时避免了有机硅涂层难以应用的缺点
  - 紫外固化
  - 和标准的光纤涂覆层剥除设备以及光纤涂覆设备兼容

# 各种涂覆层材料的质量损失



- Nufern两款相同的材料(HTC-1 & 2) 质量损失和工业标准的有机硅涂覆层相似

# 折射率渐变型多模光纤光谱衰减比较



- HTC 涂覆层应用于多模光纤采用标准的紫外固化拉丝工艺
- 带有 HTC-1涂层的光纤衰减类似于有机硅和丙烯酸酯涂覆层

# 总结

- Nufern已经展示了和石油和天然气工业有关的特种光纤的专业知识和特长
- 显著的投资已经进行用于真是应用于拉曼分布测温系统（Raman DTS）光纤的出色性能
  - 纯硅芯光纤出色的耐氢性能
  - 高质量的聚酰亚胺涂层用于可达 300 ° C的高温环境
  - 密封碳涂层配合中等温度的丙烯酸聚酯和聚酰亚胺涂覆层
  - 耐化学性针对典型的泵液
- Nufern的研发团队致力于下一代光纤的研发满足您的特定应用需求！



Nufern & Connet上海瀚宇

点亮光纤解决方案的未来

谢谢！

