

高温環境光センシング用 200℃耐熱細径光ファイバの開発

相馬 一之*・服部 知之

Heat-Resistant Thin Optical Fiber for Sensing in High-Temperature Environments — by Kazuyuki Sohma and Tomoyuki Hattori — We have developed a new heat-resistant optical fiber coated with UV (ultraviolet) curable silicone resins. Its diameter (250 μm) is thinner than that of the conventional heat-resistant optical fiber coated with thermosetting silicone resins and a poly (tetrafluoroethylene-co-perfluoropropylvinylether) (PFA) outer sheath. While showing excellent heat-resistance at 200°C, it has microbending resistance and dynamic fatigue property superior to those of the conventional heat-resistant optical fiber. With these features, this optical fiber can be used for high density cabling and optical sensing in high-temperature environments up to 200°C.

Keywords: ultraviolet curable silicone resin, heat-resistant optical fiber, optical sensing

1. 緒 言

光ファイバを用いた光センシング技術によって様々な化学的・物理的パラメータを測定できるようになり、その応用範囲が広がっている⁽¹⁾。例えば、温度や歪み、変位、振動、圧力などが測定可能であるが、その中でも温度測定は、火災検知や電力ケーブル管理、パイプライン監視、油井またはガス井監視などで利用されており、生産、保守・メンテナンス、安全面において非常に重要な役割を担っている^{(2),(3)}。これらの用途では、高温環境下で長期間使用できることが光ファイバには求められる。そのため、高い耐熱性を有する材料で被覆された耐熱光ファイバが用いられ、しばしば、それらは金属管に挿入されたケーブルの状態にて測定箇所に敷設される。図1には、耐熱光ファイバが挿入された金属管ケーブルによる光センシングの例を示した。図では、2本の光ファイバのうちの一本でケーブルの長さ方向の温度分布測定を、もう一本で光学センサとの通信を行う様子を示している。光ファイバによる温度分布測定には、ラマン散乱光^{(2)~(6)}や誘導ブリルアン散乱光⁽⁷⁾などを利用する方法が知られている。光学センサとの信号伝送では、耐熱光ファイバで光学センサと信号の送受信を行うことによって圧力や歪みなどの多点測定が可能である⁽¹⁾。

この金属管ケーブルには、敷設箇所でのケーブル空間占有率低減のために細径であることが求められ、そのために金属管内径も小さくする必要がある。しかし、その一方で200℃付近の高温環境下において、ケーブルを高密度化（光ファイバ心数を増加）して使用する要望がある。この場合、耐熱光ファイバには約200℃の耐熱性と共に、細径であることが求められる。

一方、現在市販されている代表的な耐熱光ファイバには表1の2種類が挙げられる。この表には、通常光ファイバも参考のために示した。耐熱光ファイバの第一は、ポリイミド樹脂被覆光ファイバ（以下、ポリイミド樹脂^{*1}はPI (Polyimide) 樹脂、PI樹脂被覆光ファイバはPIFと称す）であり、第二が2層の熱硬化型シリコーン樹脂（TSS (Thermosetting Silicone) 樹脂と称す）^{*2}の上層にPFA

表1 現行耐熱光ファイバの種類と特徴

	PIF	TSSF	UAF (通常光ファイバ)
構造	PI樹脂 光ファイバ	外被材 (PFA) 光ファイバ TSS樹脂 (2層構造)	UV-UA樹脂 (プライマリ) UV-UA樹脂 (セカンダリ) 光ファイバ
耐熱温度	300℃	200℃	85℃
光ファイバ外径	155~162μm	400~700μm	250μm
ケーブル高密度化	○	×	○
ハンドリング性	△	○	○
側圧耐性	×	○	○
生産性	× (低線速)	△ (押出工程必要)	○

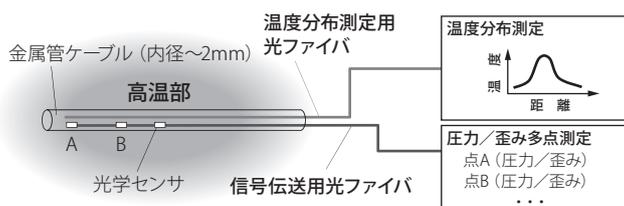


図1 耐熱光ファイバを用いた光センシングの例

[poly(tetrafluoroethylene - co - perfluoropropylvinylether)]
外被層が設けられたTSS樹脂被覆光ファイバ（以下、TSSF
と称す）である⁽⁷⁾。また、通常光ファイバは、ウレタンア
クリレート系紫外線硬化型樹脂（UV-UA（Ultraviolet
curable - Urethane Acrylate）樹脂と称す）^{*3}によって被覆
されている（通常光ファイバは以降、UAFと称す）。PIFは、
側圧耐性が低いためケーブル高密度化によって伝送損失が増
大する可能性が高い。また、ハンドリング性が悪く生産性も
低い。TSSFは、外径が大きくケーブル高密度化が難しい。
UAFは、耐熱性が低く高温環境下での使用には適さない。
すなわち、これらの光ファイバでは、冒頭に挙げた要望を満
足させ、更に実用化に重要なハンドリング性や側圧耐性、生
産性をも満足させることは難しかった。

本開発では、この要望を満足させるべく、①200℃付近
で長期間使用可能な耐熱性を有し、②ケーブル高密度化が
可能な程度に細径であり、③高い側圧耐性を有することか
らケーブル化によって伝送損失増加が発生せず、④良好な
ハンドリング性と⑤高い生産性をも兼ね備えた優れた耐熱
光ファイバを得ることを目的とした。これらの課題を達成
するために紫外線硬化型シリコン樹脂（以下、UVS
（UV-curable Silicone）樹脂と称す）^{*4}を新たに開発、こ
の樹脂を被覆材料として使用することにより、UAFとほぼ
同程度に細径（250μm）であり、200℃環境において従来
のTSSF同等以上の耐熱性を有し、その他の特性も良好で
あるUVS樹脂被覆光ファイバ（以下、UVSFと称す）を試
作することができた。以下、UVS樹脂の設計及び物性を説
明した後、UVSFの試作と評価結果を示し、最後に金属管
ケーブル試作結果を紹介する。

2. UVS樹脂の設計と物性

2-1 樹脂設計 今回開発した新規耐熱光ファイバ
UVSFの被覆材料であるUVS樹脂は、成分Aと成分B、光
反応開始剤を主成分として含む。それらの中で成分Aと成
分Bは、樹脂の耐熱性と表面タック性、ヤング率に大きな
影響を与えていた。ところで、光ファイバ被覆材にはいく
つかの要求特性がある。例えば、表面タック性を有する樹
脂を光ファイバのセカンダリ（外層）材に使用すると、金
属管ケーブルの製造性が低下するため、セカンダリ材の表
面タック性は低い方が望ましい。ヤング率は、プライマリ
（内層）材よりもセカンダリ材の方が大きいことが側圧耐
性の観点から必要である。なお、ここで言う「耐熱性」と
は、樹脂をガラス基板上に被覆したシートを200℃で劣化
させ、60日目にクラックが発生したか否かを目視で確認し
た結果である。シートは、スピコート法で液状樹脂を基
板に塗布、窒素雰囲気下で1000mJ/cm²の光量の紫外線
を照射して硬化させ、その後120℃で10分間の加熱処理
を行って作製した。シート厚みは約30μmとした。一方、
「表面タック性」は、上記のシート表面を、劣化開始前に

触感で確認した結果である（ヤング率の測定方法は、「2-2」
にて説明する）。

表2に、成分Aと成分Bの相対量を変えた3種類のUVS
樹脂の耐熱性、表面タック性、ヤング率の関係をまとめた。
この表から分かるとおり、F-1のように成分Aが相対的に
多くなると表面タック性が発現し、組成F-3のように成分
Bが多くなると表面タック性は低減するものの耐熱性が低
下する。つまり、両特性はトレードオフの関係にあった。
また、二成分の相対量に変化することでヤング率も変化し、
成分Aが多くなるとヤング率が低くなる傾向が見られた。

よって、耐熱性が高いF-1とF-2を光ファイバ用被覆材
として採用し、表面タック性が小さくヤング率が大きいF-
2をセカンダリ材として、ヤング率が小さいF-1をプライ
マリ材として選定した。

表2 UVS樹脂の成分と、耐熱性、タック性、ヤング率の関係

		F-1	F-2	F-3
樹脂組成	成分A [%]	多	中	少
	成分B [%]	少	中	多
耐熱性 (200℃)		高	高	低
表面タック性		高	低	無
ヤング率 (相対値)		1	2.7	5.2

表3にUVS樹脂とTSS樹脂のヤング率を示す。ただし、
これらはプライマリ用TSS樹脂のヤング率で規格化した値
である。今回開発したプライマリ用UVS樹脂の値は19、
セカンダリ用は52と、TSS樹脂のヤング率と比較して大
きい。このためUVSFにおいて側圧耐性の悪化が懸念され
たが、後述するように問題が無いことを確認している。

表3 UVS樹脂及びTSS樹脂のヤング率 (相対値) の比較

	UVS樹脂	TSS樹脂
プライマリ用	19	1
セカンダリ用	52	5

2-2 評価用サンプルの作製条件 今回開発した
UVS樹脂、及びTSS樹脂、UV-UA樹脂を使用し、シート
による物性評価を行った。評価項目は熱重量分析（TGA:
Thermo - gravimetric Analysis）、200℃劣化によるヤ
ング率と破断強度、破断伸びの残率変化である。

評価用の樹脂シートは、スピコート法で基板上に液状
樹脂を塗布した後、樹脂毎に異なる条件で硬化させ作製し
た。UVS樹脂とUV-UA樹脂では、ベルトコンベアー式の
紫外線照射機を使用し、窒素雰囲気下で500mJ/cm²の光量
を照射して硬化させた。ただし、UVS樹脂のみ紫外線照射

後に恒温槽を使用し、120℃で30分間の加熱処理を行った。TSS樹脂は、150℃で30分間の加熱処理によって硬化させた。なお、いずれの樹脂でも、シートの厚みが約100μmとなるようにスピコート条件を調整した。硬化させた後は、樹脂シートを基板から剥がし、測定用サンプルとした。

ヤング率や破断強度、破断伸びの測定には、上記のようにして作製したシートをJIS2号ダンベル形状に打ち抜き、測定用サンプルとして使用した。

2-3 樹脂物性評価結果 作製した樹脂シートを使用してTGAを行った結果を図2に示す。(a)は各光ファイバのプライマリ材、(b)はセカンダリ材の結果である。測定は、昇温速度10℃/分、空気雰囲気で行った。今回開発したUVS樹脂は、プライマリ材、セカンダリ材共に、UV-UA樹脂と比較して重量減少速度が遅く、TSS樹脂とほぼ同様

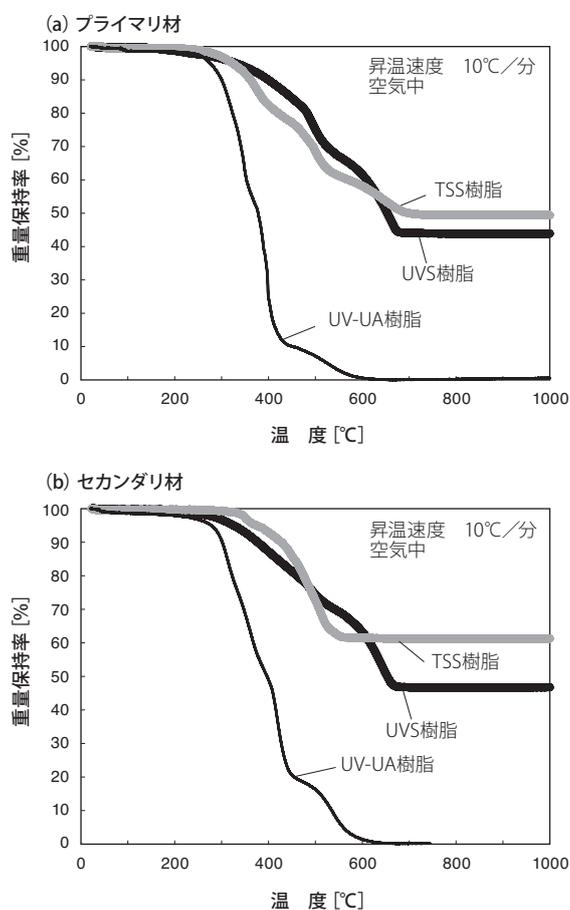


図2 耐熱光ファイバ用被覆樹脂のTGA結果
(a) プライマリ材、(b) セカンダリ材

表4 耐熱光ファイバ用被覆樹脂のTGAによる5%及び10%重量減少温度

被覆材料種類	UVS樹脂		TSS樹脂		UV-UA樹脂	
	プライマリ	セカンダリ	プライマリ	セカンダリ	プライマリ	セカンダリ
5%重量減少温度 [°C]	330	326	323	374	275	278
10%重量減少温度 [°C]	400	377	362	428	300	301

の重量減少の傾向を示した。図2から求めた重量減少温度を表4にまとめた。この表からUVS樹脂の5%及び10%重量減少温度は、UV-UA樹脂より大きく、TSS樹脂とほぼ同等であることが分かる。

図3には、各樹脂のヤング率と破断強度、破断伸びの200℃劣化による残率変化を示した。ただし、UVS樹脂とTSS樹脂は劣化14日目、UV-UA樹脂は劣化7日目の結果である。UVS樹脂では、劣化による物性変化が見られたものの、何れの物性でもTSS樹脂に近い残率を保持した。最も顕著な変化を示したのはプライマリ用UV-UA樹脂であった。ヤング率と破断強度は大幅に上昇し、破断伸び残率は1%程度まで大きく低減した。これは、UV-UA樹脂が、耐熱性に劣るウレタン結合を有し、その他の部位も耐熱性が低い有機化合物であることから、200℃において酸化劣化もしくは熱分解が急速に進行したためと思われる。

以上の樹脂物性の測定結果から、今回開発したUVS樹脂の耐熱性は、UV-UA樹脂よりも大幅に高く、TSS樹脂とほぼ同等と考えられる。

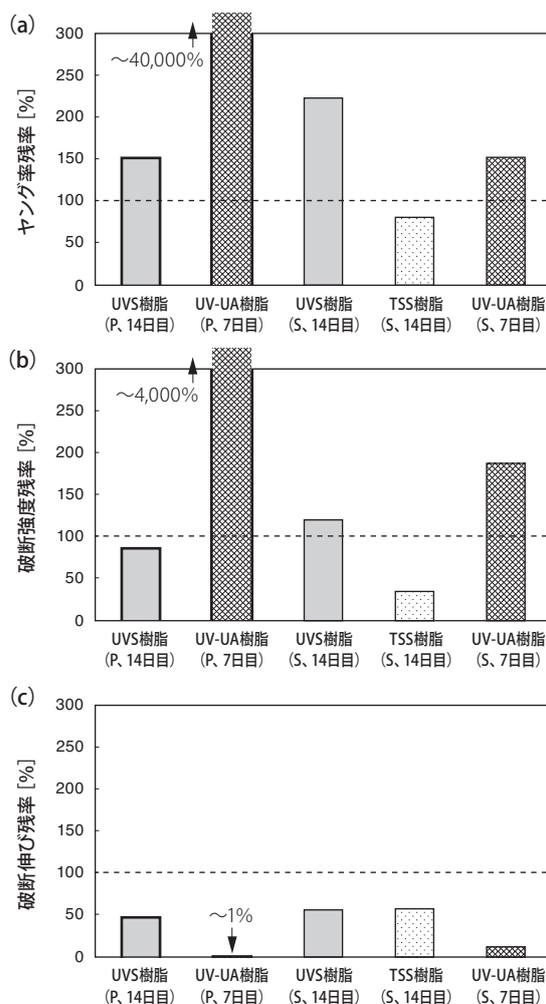


図3 耐熱光ファイバ用被覆材の200℃劣化による樹脂物性の変化
(P：プライマリ材、S：セカンダリ材)
(a) ヤング率残率、(b) 破断強度残率、(c) 破断伸び残率

3. UVSF 試作と評価条件

前章で説明したプライマリ及びセカンダリ用UVS樹脂を使用してUVSF試作を行った。その構造を従来耐熱光ファイバのTSSFの構造と共に図4に示す。今回、外径はUAFと同等の250μmとした。これによりTSSFと比較して断面積が12～38%にまで減少し、ケーブルの高密度化が可能となる上、良好なハンドリング性も確保できる。

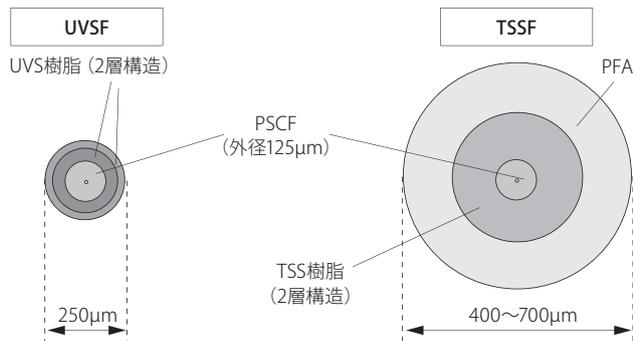


図4 試作UVSFと従来耐熱光ファイバTSSFの構造

試作したUVSFは、コア部が純石英ガラス、クラッド部がフッ素添加石英ガラスからなるシングルモード光ファイバ（PSCF（Pure Silica Core Optical Fiber）と称す）である。この光ファイバは、ゲルマニウム添加石英ガラスからなるコアを有するものと比べ、低い伝送損失、高い耐水素特性と耐放射線特性を有するため、高温環境以外の過酷な環境下での光センシングにも好適であると考えられる。

試作には、図5のようなタンデム型ダイスコーティングシステムを有する光ファイバ線引機を使用した。光ファイバプリフォームを加熱炉で溶融、外径約125μmに延伸後、今回開発したUVS樹脂を2層被覆してポビンに巻き取った。このUVSFを金属製のポビンに巻き替え、恒温槽に投入して120℃30分間の熱処理を行った。TSSFでは、この線引工程の後にPFA外被押出を行うが、UVSFではその工程を省略することにより生産性の向上を図った。

上記のようにして試作したUVSFに加え、現行耐熱光ファイバのPIFとTSSF、更にUAF（全てPSCF）を使用して4種類の試験を行った。試験項目と準拠した規格を表5に示した。

側圧耐性試験はIEC 60793-1-C3Bに基づき、光ファイバサンプルに側圧を付与するため、金属メッシュが巻かれたポビン（以下、金属メッシュポビンと称す）に一定張力で巻き取り、波長1.55μmでの伝送損失を測定した。その後同一光ファイバを束状態とし、同様にして伝送損失を測定した。これら二つの状態の伝送損失差から側圧耐性を評価した。

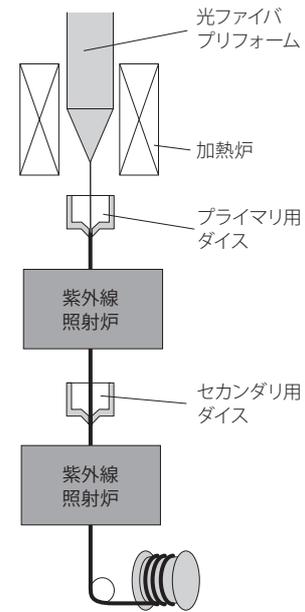


図5 光ファイバ線引機

表5 各試験項目の規格

試験項目	規格
側圧耐性試験	IEC 60793-1-C3B
動疲労試験	IEC 60793-1-B7A
伝送損失試験（OTDR）	IEC 60793-1-C1C
光ファイバ引張強度試験	IEC 60793-1-B2A

動疲労試験^{*5}はIEC 60793-1-B7Aに基づいて行った。標線距離は500mmで歪み速度は4水準、各N = 15で測定し、各速度での破断応力の中央値から動疲労係数 n_D を求め、動疲労特性を評価した。

伝送損失試験は、束状態にした光ファイバサンプルを200℃に保持した恒温槽に投入して行った。槽内は空気雰囲気とし、劣化や測定中、槽内や槽周囲の湿度管理は特に行わなかった。光ファイバサンプルの端部は予め槽外に出しておき、所定の劣化日数に達した時点で測定波長1.55μmのOTDR（Optical Time Domain Reflectometry）により伝送損失を測定した（IEC 60793-1-C1C）。測定は、光ファイバを200℃に保持したまま行った。各劣化日数で測定した伝送損失と、劣化を開始する前に室温で測定した伝送損失との差を「伝送損失変化」とし、その経時変化を調査した。

光ファイバ引張強度試験では、束状態とした光ファイバサンプルを200℃の恒温槽で劣化させ、所定の劣化日数で取り出し、IEC 60793-1-B2Aに基づき室温で測定を行った。標線距離は500mm、引張速度は25mm/分とし、N = 15で測定した破断応力の中央値を光ファイバ引張強度とした。

4. UVSF 試作の評価結果

試作した UVSF とその他の光ファイバを用いて行った動疲労試験と側圧耐性試験の結果を表 6 に示した。UVSF の n_D は 25 であり、他の光ファイバと比較して同等以上の値を有していた。一方、側圧耐性試験では、PIF は、金属メッシュボビンに巻いた時に大きな伝送損失が発生し、側圧耐性が非常に低いことを示していた。これは、PI 樹脂被覆の厚みが 15~20 μm と薄いために被覆の側圧緩衝効果が小さい、もしくは光ファイバの曲げ剛性率が小さく、マイクロベンドが発生しやすいためと思われる。UVSF の側圧耐性は、TSSF や UAF とほぼ同等であり、PIF よりも高いことを確認した。

表 6 各耐熱光ファイバの動疲労試験と側圧耐性試験の結果

	UVSF	PIF	TSSF	UAF
動疲労係数 (n_D)	25	24	23	21
側圧耐性	○	×	○	○

図 6 に空気雰囲気での 200 $^{\circ}\text{C}$ 劣化による光ファイバ引張強度残率の変化を示した。測定には UVSF と TSSF を使用した。UVSF は、120 日目まで光ファイバ引張強度残率 90% 以上を維持し、非常に良好な結果を示した。初期の引張強度は 4.8GPa であり、120 日目までの最低残率は 92%、引張強度は 4.4GPa であった。一方、TSSF は、初期の引張強度が 4.8GPa で UVSF と同等であったが、劣化日数が増えるにつれて引張強度が低下する傾向にあり、劣化 60 日目までの最低残率は 84%、引張強度 4.0GPa であった。

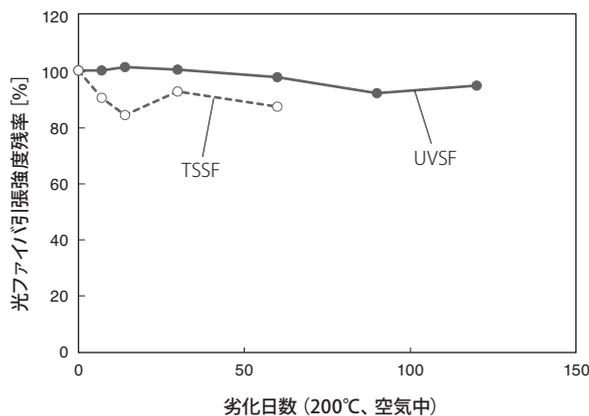


図 6 空気雰囲気での 200 $^{\circ}\text{C}$ 劣化による光ファイバ引張強度残率変化

図 7 には、空気雰囲気での 200 $^{\circ}\text{C}$ 劣化による伝送損失変化を示す。測定には UVSF と TSSF の 2 種類を使用した。共に劣化日数が増えるほどに伝送損失変化が大きくなる傾向に

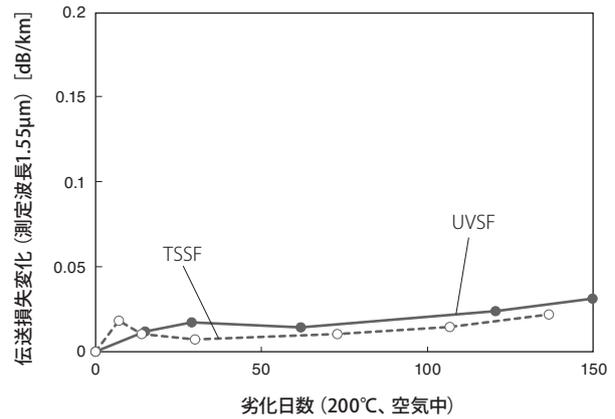


図 7 空気雰囲気での 200 $^{\circ}\text{C}$ 劣化による伝送損失変化 (測定波長 1.55 μm)

あった。しかし、UVSF は劣化 150 日目でも 0.03dB/km 程度、TSSF は 140 日目でも 0.02dB/km 程度の増加と、伝送損失変化は共に小さかった。

また、UVSF を長さ 10m の束状態にして 200 $^{\circ}\text{C}$ の恒温槽で劣化を行い、適宜束を取り出して顕微鏡による表面観察を行った。UVS 被覆層には、透明から褐色への変色が見られたが、120 日目までクラックや剥がれなどの異常は発生していない。

以上の結果から、今回開発した UVSF は、TSSF と同等以上の耐熱性を有していると考えられる。

5. 金属管ケーブル試作結果

UVSF を使用し、金属管ケーブル試作を行った。その断面構造を図 8 に示す。

試作では、内径約 2mm の金属管に UVSF を 4 本挿入した。光ファイバが表面タック性を有していると、金属管ケーブル試作時、金属管に光ファイバを挿入することが難しくなり、製造性が低下する。しかし、今回試作した UVSF ではそのような問題は発生しなかった。

OTDR を使用し、金属管ケーブル内 UVSF の伝送損失測

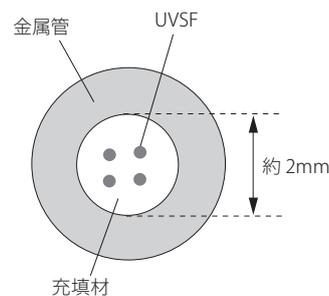


図 8 UVSF4 心入り金属管ケーブルの断面構造

定を行った。その結果、金属管ケーブル状態と束状態とで伝送損失値に差がなく、OTDRの波形にも異常は見られなかった。このことから、金属管ケーブル化による側圧損失増加は発生していない。

以上から、UVSFは金属管ケーブル製造上、また実用上も大きな問題はないと思われる。

6. 結 言

新規耐熱光ファイバ用被覆材料としてプライマリ用とセカンダリ用のUVS樹脂を開発した。これらの樹脂を使用して被覆径250 μ mのUVSF試作を行った。この耐熱光ファイバは、金属管ケーブルの高密度化が可能な程度に細径であり、良好なハンドリング性を保持していた。

UVSFの側圧耐性は、被覆を2層とすることによって従来耐熱光ファイバTSSFや通常光ファイバUAFと同程度に高くすることができ、金属管ケーブルを高密度化しても伝送損失の増加は見られなかった。動疲労特性もTSSFやPIF、UAFと同以上に良好であった。また、TSSFで行っていたPFA外被押出工程を省略することによって生産性も向上させた。

UVSFを200 $^{\circ}$ C空気雰囲気下で劣化させ、光ファイバ引張強度、伝送損失変化を測定した結果、TSSFと同等以上に良好な結果を示し、優れた耐熱性を有していることを確認した。

以上から、今回開発したUVSFは、金属管ケーブルの高密度化が可能であり、200 $^{\circ}$ C付近の高温環境下での光センシングに好適な耐熱光ファイバである。

用語集

※1 ポリイミド樹脂 (PI樹脂)

有機材料の化学結合の中で、最高レベルの耐熱性を有するイミド結合を含む樹脂。高濃度の溶媒を含むことが多く、塗膜形成の際、それを高温で揮発させる必要がある。光ファイバに被覆する場合は、その揮発に要する時間が生産性を低下させる大きな原因となる。

※2 熱硬化型シリコン樹脂 (TSS樹脂)

通常は液状であるが、加熱によって硬化し、塗膜とすることが可能なシリコン (耐熱性が高いシロキサン結合を主鎖の繰り返し構造中に持つ化合物) 系の樹脂。

※3 ウレタンアクリレート系紫外線硬化型樹脂 (UV-UA樹脂)

通常は液状であるが、紫外線を照射することによって硬化、塗膜とすることが可能なウレタンアクリレート (耐熱性は低いが柔軟かつ強靱な化合物) 系の樹脂。

※4 紫外線硬化型シリコン樹脂 (UVS樹脂)

通常は液状であるが、紫外線を照射することによって硬化、塗膜とすることが可能なシリコン (耐熱性が高いシロキサン結合を主鎖の繰り返し構造中に持つ化合物) 系の樹脂。

※5 動疲労試験

光ファイバに応力がかかると、光ファイバのガラス表面に存在する微小クラックが成長し、破断に至る (疲労破断)。動疲労試験は、この疲労破断のしにくさを評価する方法の一つであり、光ファイバには、この試験によって得られる動疲労係数 n_D が十分に大きいことが求められる。

参 考 文 献

- (1) 藤井陽一、村山英結、「光ファイバセンシング総論」、月刊プラントエンジニア、2009年10月号、p52-57
- (2) 加藤一、「光ファイバセンシングー熱センシングとその応用」、月刊プラントエンジニア、2009年11月号、p52-57
- (3) URL <http://www.jpowers.co.jp/opthermo/>
- (4) G. W. Bibby and J. N. Ross, "Temperature distribution measurement using Raman ratio thermometer," SPIE vol. 566 Fiber Optic and Laser Sensors III, p249-256 (1985)
- (5) A. H. Hartog and A. P. Leach, "Distributed temperature sensing in solid-core fibers," Electronics Letters, vol.21, No.23, p1061-1062 (1985)
- (6) G. P. Lees, A. P. Leach and T. P. Newson, "1.64 μ m pulsed source for a distributed optical fibre Raman temperature sensor," Electronics Letters, vol.32, No.19, p1809-1810 (1996)
- (7) 笹岡英資、山本義典、林哲也、坂部至、「ブリルアン散乱型光ファイバ温度センサ (TermoGazerTM)」、SEIテクニカルレビュー第170号、p14-18 (2007)
- (8) M. Shimizu, T. Hattori, K. Tsuneishi, R. Rubino, and D. Norton, "Metal-free heat-resistant optical fiber for fiber optic sensing systems in oil wells," Proc. 48th IWCS, p708-713 (1999)

執 筆 者

相馬 一之* : 光通信研究所 主査
特殊光ファイバとその応用技術開発に
従事



服部 知之 : 光通信研究所 部長

*主執筆者