
プライマリ材の特性に及ぼす線引き紡糸時の ガラス素線温度の影響

The Effect of the Fiber Temperature During Fiber Drawing on the Properties of Primary Coatings

加茂 理
Satoshi Kamo

瀬古智昭
Tomoaki Seko

勝田哲男
Tetsuo Katsuta

黒澤孝彦
Takahiko Kurosawa

The speed of fiber drawing, temperature of fiber glass and coating properties of primary coatings during fiber drawing, and mechanical properties of primary coatings after curing were investigated. The temperature of fiber glasses just before coating of the primary rose up with the fiber drawing speed. It was found that the diameter of primary coated fibers decreased when the temperature of the glass was over 50 . The thinning of primary layers on the fiber drawing was caused by the decreasing of contact angles of primary coatings. The effect of glass surface temperature on mechanical properties of primary coatings was investigated. The n-value of fibers made without cooling increased with the fiber drawing speed, while the n-value of fibers made with cooling decreased. It was found that the stripping force affected the n-value of coated fibers.

1 緒言

近年の光ファイバ通信網の急速な拡大発展に伴い、その構成材料である光ファイバの生産性向上が求められている。光ファイバの生産性向上にはガラス素線の紡糸時間の短縮、すなわち線引き速度を高めることが有効であり、高速線引きに対応したコーティング材設計が必要と考えられる。光ファイバの製造は通常次のような工程で行われる。まず、電気炉で加熱溶融した石英母材を紡糸してガラス素線とし、このガラス素線をコーティング材被覆ダイスを通して柔軟性に富むプライマリ材と剛性に優れたセカンダリ材で被覆する。被覆後直ちにUV光を照射してコーティング材を硬化する。このような製造工程において、線引き速度を高めることは、ガラス素線の冷却不足をまねき、プライマリ材が高温のガラス素線表面に塗布されることになる。宇加地らは¹⁾、以前の検討においてセカンダリ材の

機械的特性がプライマリ材の表面温度によって大きく変化することを報じている。また、高瀬らは²⁾、これらのコーティング材の硬化時の温度が、硬化物の機械的特性を決定する上で重要な因子であることを報じている。しかし、ガラス素線の表面温度とプライマリ材の塗布性との関係や、硬化後の光ファイバの動疲労特性については、これまでほとんど報告されていなかった。

本論文では、高速線引きに対応したプライマリ材の設計指針を得ることを目的に、線引き速度、ガラス素線の表面温度、プライマリ材の塗布性および光ファイバの動疲労特性を測定し、その関係について考察した結果を報告する。

2 実験

2.1 線引き条件

実験にはプライマリ材としてP-1、P-2の2種、セカンダリ材としてS-1の1種、計3種類のコート材を用いた。表1に、これら樹脂液の粘度および硬化フィルムの機械的特性を示す。

本検討では、図1に示す実験用線引き装置を用い、線引き速度を100m/minから800m/minまで変えて光ファイバを試作した。この線引き装置は、ガラス溶融電気炉の直後に冷却装置を備えており、本冷却装置に -15 のヘリウムガスを流量10l/minで流すことにより、プライマリ材を塗布する前のガラス素線を冷却することが可能である。光ファイバのガラス素線径は $125\mu\text{m}$ であり、UVランプはプライマリ材用およびセカンダリ材用ともに6kWタイプを用い、プライマリ材塗布時のUVランプ出力は50%を維持し、セカンダリ材塗布時のUVランプ出力は100%を維持した。また、線引き速度とプライマリ材塗布時の基材温度の影響を切り分ける目的で、ガラス素線の替わりに直径 $125\mu\text{m}$ の金属線を使用し、同様の線引き実験を行った。

2.2 ガラス素線の表面温度測定

線引き中のガラス素線の表面温度は、図1に示すようにプライマリ材被覆ダイスの直前部分に赤外線サーモビュ

Table1 Liquid and cured film properties of the coatings

	P-1	P-2	S-1
Viscosity(mPa·s@25)	3.8	8.0	4.2
Young's Modulus(MPa)	1.2	1.6	850
Tensile Strength(MPa)	2.1	2.2	40
Tensile Elongation(%)	220	180	38

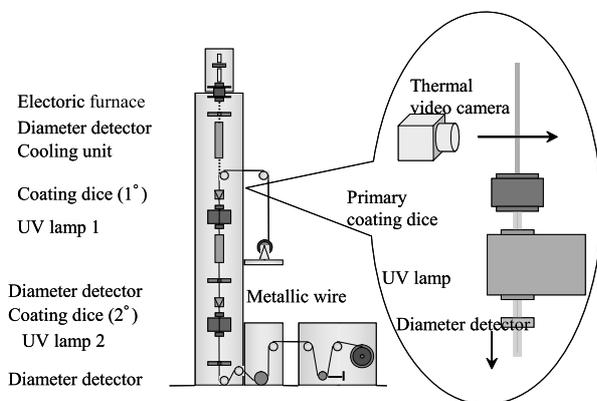


Fig. 1 Schematic drawing of the experimental draw tower.

アー(日本アビオニクス 株 製 TSV-700)を設置し測定した。赤外線サーモビューアーの測定温度範囲は0 から500 ,シャッタースピードは1/30secである。また、プライマリ材塗布後の線径は線径測定装置で測定した。

2.3 プライマリ材の樹脂液特性

2.3.1 樹脂液の粘弾性

プライマリ材樹脂液の第一法線応力差は、回転型レオメータ TA Instruments社製AR2000を用い140 から160 の温度範囲で測定した。

2.3.2 樹脂液の表面張力および接触角

プライマリ材樹脂液の表面張力は、表面張力計(協和界面科学 株 製 FACE SURFACE TENSIO METER CBVP-A3)を使用し、樹脂温度が23 から120 の範囲で測定した。また、プライマリ材樹脂液の石英ガラス基板に対する接触角は、接触角計(協和界面科学 株 製 FACE接触角計CA-X型)を使用し、樹脂液温度を23 で一定とし、石英ガラス基板温度を23 から200 の範囲で変化させて測定した。

2.4 光ファイバの特性

2.4.1 プライマリ被覆層の弾性率

光ファイバのプライマリ被覆層の弾性率は、プルアウトモジュラス測定装置により測定した。このプルアウトモジュラス測定装置による測定は、勝田ら³⁾の方法に準拠した。

2.4.2 光ファイバの動疲労特性

光ファイバの動疲労特性は、2ポイントベンディング装置(Fiber Sigma社製)により算出されるn値により評価した。ガラス強度の測定にも同様の装置を使用した。

2.4.3 光ファイバの引き抜き力

光ファイバの引き抜き力は、マイクロストリップ付き引張り試験機(株)島津製作所製AGS-50G)により、引張速度50mm/minで測定した。

3 結果と考察

3.1 プライマリ材の塗布性

図1の線引き装置を用いて、プライマリ材のコート材被覆ダイス突入直前のガラス素線温度と、プライマリ材塗布直後の線径変動を測定した。図2に100m/minから800m/minまでの各線引き速度におけるガラス素線の表面温度を示す。冷却装置を使用せず線引きを行った場合、線引き速度が速くなるに従い、ガラス素線の表面温度が上昇し、もっとも高速である800m/minで線引きを行った場合、その温度は、160 を超えていることがわかる。一方、冷却装置を使用した場合も、線引き速度が速くなるに従い、

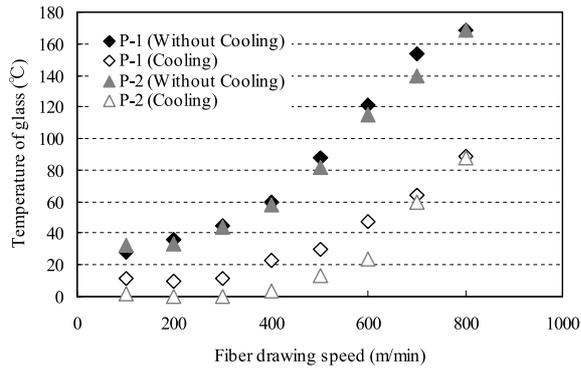


Fig. 2 Relationship between fiber drawing speed and temperature of glass.

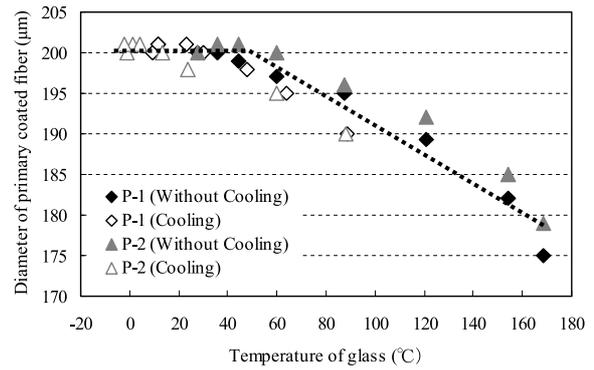


Fig. 4 Relationship between temperature of glass and diameter of primary coated fiber.

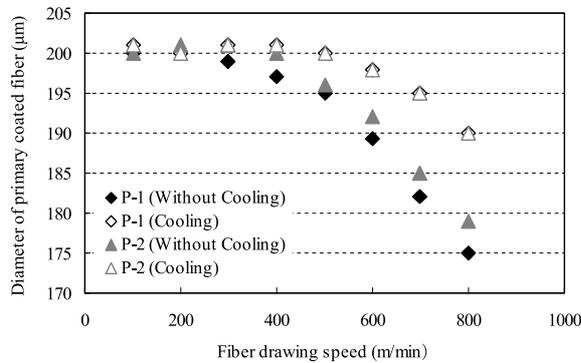


Fig. 3 Relationship between fiber drawing speed and diameter of primary coated fiber.

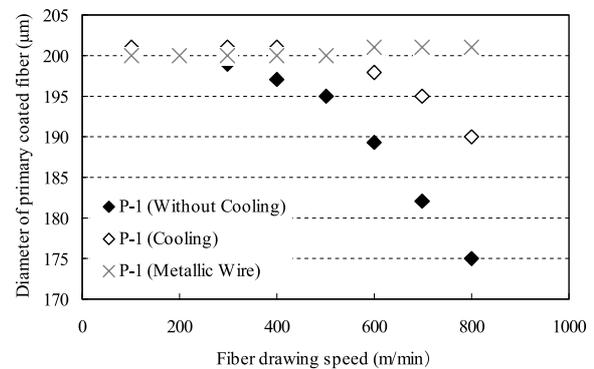


Fig. 5 Relationship between fiber drawing speed and diameter of primary coated fiber.

ガラス素線の表面温度は上昇するが、線引き速度が600 m/min付近まで、その温度は50 以下に冷却されていることがわかる。次に、これらの線引き条件におけるプライマリ材塗布後の線径変動を図3に示す。線引き速度の上昇にもとない、プライマリ材塗布後の線径が低下することがわかる。図2、図3の結果から得られるガラス素線の表面温度とプライマリ材塗布後の線径の関係について、図4に示す。プライマリ材塗布後の線径は、ガラス素線の表面温度が50 以下の場合、ほぼ一定であるのに対し、50 以上の領域ではガラス素線温度の上昇に伴って低下していることがわかる。また、ガラス素線の表面温度とプライマリ材の線径の関係は、図2、3に示すようにプライマリ材種を変更しても、ほぼ同様の傾向にあることがわかる。

線引き速度とプライマリ材塗布時の基材温度の影響を切り分ける目的で、ガラス素線の替わりに直径125 μ mの金属線を使用し、同様の線引き実験を行った。この時使用した金属線の温度は約30 である。結果を図5に示す。その結果、金属線を用いた場合、線引き速度に関わらずプライマリ材塗布後の線径はほぼ一定の値を示した。これら

の結果から、ガラス素線の表面温度がプライマリ材の塗布性に大きな影響を与えていると考えられる。

3.2 プライマリ材の樹脂液特性

ガラス素線の表面温度がプライマリ材の塗布性に影響する因子を明らかにするため、次の三つの仮説について検証を行った。

1) 樹脂液の粘弾性の温度依存性

高せん断下における樹脂液の粘弾性の変化により、バラ効果等を生じ、線形変動が起こる。

2) 樹脂液の表面張力の温度依存性

樹脂液の表面張力の変化により、線径変動が起こる。

3) 樹脂液のガラス表面温度に対する接触角変化

ガラス表面の界面張力の変化により、樹脂液の塗布性が変化し、線径変動が起こる。

プライマリ材樹脂液の粘弾性は第一法線応力差により評価した。図6に100 での第一法線応力の測定結果を示す。高せん断速度下におけるP-1の第一法線応力差は、P-2と比較して小さいが、この傾向は40 および160 における結果と同様であり、温度による特異性は見出せないこ

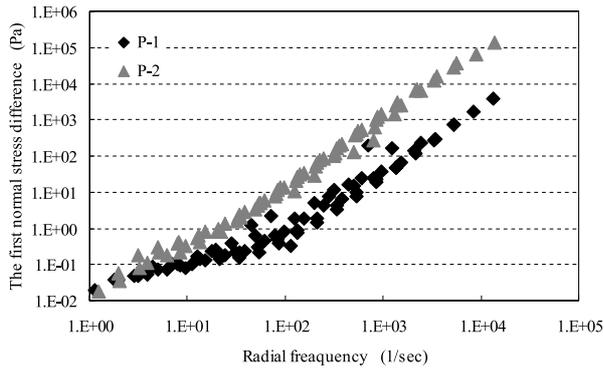


Fig. 6 First normal stress difference of primary coatings (at 100).

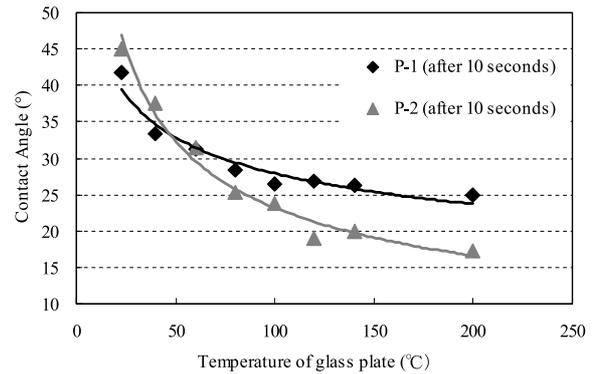


Fig. 8 Temperature dependency of contact angle of primary coatings on glass plate.

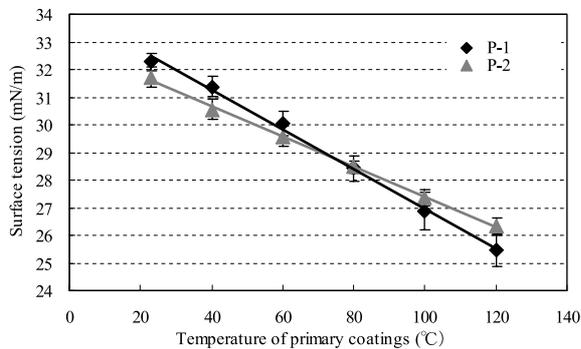


Fig. 7 Temperature dependency of surface tension of primary coatings.

とから、バラス効果などの樹脂液の粘弾性的な線径異常現象を引き起こす可能性は低いと言える。この結果は、金属線の被覆実験の際、線引き速度の上昇に関わらずプライマリ材塗布後の線径が低下せずほぼ一定であったことから支持される。

プライマリ材樹脂液の表面張力の温度依存性は、樹脂液の温度範囲を20 から120 として表面張力を測定することにより評価した。その結果、図7に示すように、プライマリ材樹脂液の表面張力は、温度上昇とともに減少するが、その関係は測定温度範囲内で線形関係となり、温度による表面張力の特異点は見出せなかった。これは、プライマリ材樹脂液の表面張力の温度依存性と線引き実験の際に見られたプライマリ材の線径異常現象との間に相関がないことを示していると言える。

プライマリ材樹脂液のガラス表面温度に対する接触角変化は、石英ガラス基板の温度範囲を20 から200 として、温度一定(23)のプライマリ材樹脂液の接触角を測定することにより評価した(図8)。その結果、石英基板の温度上昇に伴い、プライマリ材樹脂液の接触角は低下す

るだけでなく、ガラス表面温度が50 付近において、接触角の低下傾向が著しく変化していることがわかる。これは、線引き実験の際、ガラス素線の表面温度が50 以上の領域で著しい線径変動が観測されたことと関連していることを示している。

これらの結果から、プライマリ材樹脂液のガラス表面温度に対する接触角変化が、線引き時のガラス素線の表面温度によるプライマリ材の塗布性変化に大きな影響を与えていることが示唆された。

3.3 光ファイバの動疲労特性

線引き速度、線引き時のガラス素線の表面温度および光ファイバの機械的特性の関係を明らかにするため、光ファイバの動疲労特性を評価した。光ファイバの動疲労特性はその機械的特性の中でも重要な特性であり、一般的にn値で表される。n値は、式(a)から算出した。

$$(1/(n+1)) \log TS + D = \log V \dots \dots \dots (a)$$

(TS:統計的破断強度, C:定数, V:応力制御された変形速度)

図9に、各線引き速度において得られたファイバのn値を示す。冷却装置を使用せず線引きを行った場合、線引き速度が速くなるとともにn値が上昇した。一方、冷却装置を使用した場合、線引き速度の上昇とともにn値は低下し、同じ線引き速度でも線引き時の冷却の有無により、n値に差異が生じた。このようなn値の変化に影響する因子を明らかにするため、次の三つの仮説について検証を行った。

a) ガラス強度の変化

線引き紡糸したガラス素線そのものの強度が変化することにより、n値が変化する。

b) プライマリ被覆層の弾性率の変化

プライマリ被覆層の弾性率の変化により、光ファイバの

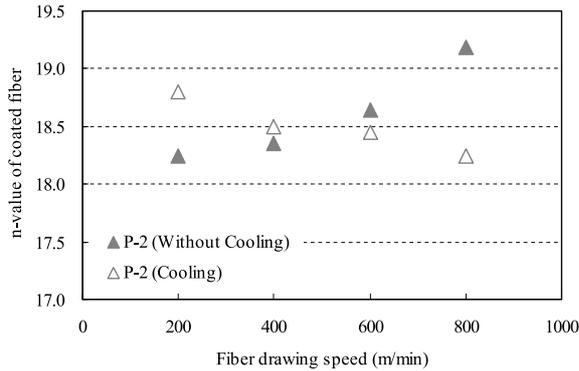


Fig. 9 Relationship between fiber drawing speed and n-value of coated fiber.

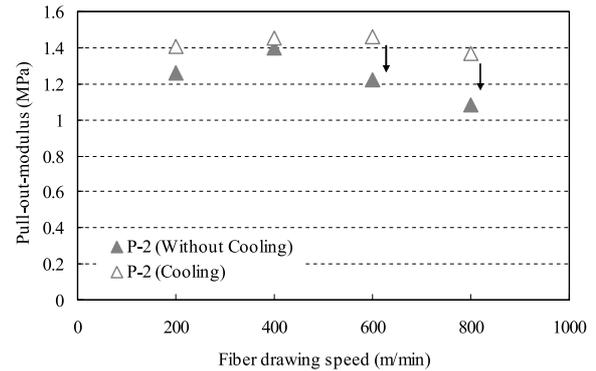


Fig. 11 Relationship between fiber drawing speed and pull-out modulus.

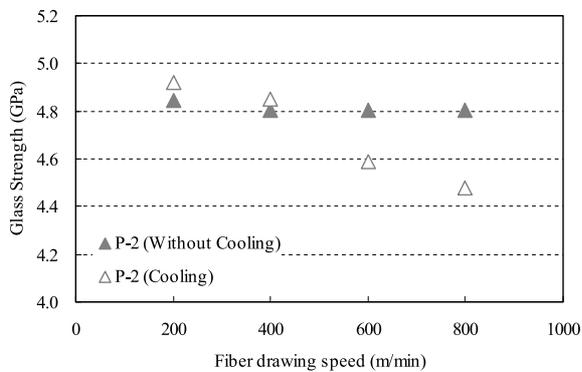


Fig. 10 Relationship between fiber drawing speed and glass strength without coatings.

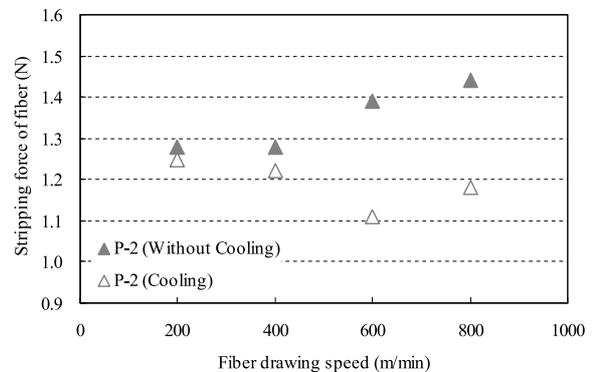


Fig. 12 Relationship between fiber drawing speed and stripping force of fiber.

破壊特性に変化を生じ、n値が変化する。

c) ガラス素線とプライマリ被覆層の界面密着力の変化

ガラス素線表面とプライマリ被覆層の密着力変化により、光ファイバの破壊特性に変化を生じ、n値が変化する。

はじめに、各線引き条件におけるガラス強度の測定を行った(図10)。ガラス強度は光ファイバから被覆層をはずし取り、2ポイントベンディング装置を用いて測定した。冷却装置を使用せず線引きを行った場合、線引き速度に関わらずガラス強度はほぼ一定の値を示した。一方、冷却装置を使用した場合、線引き速度の上昇とともにガラス強度は低下した。これは、ガラス素線が冷却装置により急激に冷却されたことにより、ガラス素線内部もしくは表面に微小欠陥が生じたためガラス強度が低下したものと推察される。一方、冷却装置を使用しない場合、ガラス強度は線引き速度に依らずほぼ一定で、線引き速度の上昇にともなう値の上昇にはガラス強度以外の要因が影響していると考えられる。

次に、プライマリ被覆層の弾性率の変化を確認するため、試作した光ファイバのプライマリ被覆層の弾性率をプルアウトモジュラス測定装置により測定した。その結果、図11に示すように、プライマリ被覆層の弾性率は、冷却装置を使用した場合より、冷却装置を使用しない場合に低下した。これは、吉澤ら⁴⁾が報告した現象と同様に、プライマリ材を高温でUV硬化した場合、停止反応が起こりやすいと推察される。しかし、これらの結果とn値の変化について相関は認められず、プライマリ被覆層の弾性率の変化は、n値に対して大きな影響を及ぼさないことが示唆される。

次に、ガラス素線とプライマリ被覆層の界面密着力の変化を確認するため、光ファイバの引き抜き力を測定した。測定結果を図12に示す。冷却装置を使用せず線引きを行った場合、線引き速度の上昇により、光ファイバの引き抜き力は上昇した。これは、線引き速度の上昇により、ガラス素線表面が高温となり、プライマリ材中に存在するシランカップリング剤とガラス素線表面の縮合反応が加速さ

れ、密着力が向上したためと推察される。また、図12に示すように、冷却装置の使用に関わらず、光ファイバの引き抜き力とn値の変化には相関があり、ガラス素線とプライマリ被覆層の界面密着力が、n値に対して大きな影響を及ぼすことが示唆された。

4 結論

線引き時のガラス素線の表面温度とプライマリ材の線径変動を測定する手法により、プライマリ材の塗布性が、線引き速度やガラス素線の冷却により大きく変化することを見出した。その要因として、ガラス素線の表面温度に対するプライマリ材樹脂液の接触角変化が、プライマリ材の塗布性変化に大きな影響を与えていることを示した。また、線引き時のガラス素線の表面温度が、光ファイバの動疲労特性に大きな影響を与えていることを見出した。その要因として、ガラス素線表面とプライマリ被覆層の界面密着力が、線引き時のガラス素線の冷却により大きく変化することを示した。

以上のことから、線引き速度の高速化に対応した光ファイバを得るためには、線引き時のガラス素線の表面温度が重要であると同時に、ガラスに対する塗布性や密着性に

おいて温度依存性の少ないプライマリ材の選定が必要であると考えられる。

発表先

The 55th International Wire and Cable Symposium (2006.11.15 米国プロビデンス市)にて発表。
(Proceedings of the 55th IWCS, (2006), p.470.)

文献

- 1) T. Ukachi, A. Aoyama, Y. Naito and K. Igarashi: *Proceedings of the 41st IWCS*, (1992) p.261.
- 2) H. Takase, Y. Hashiguchi, Y. Takasugi, N. Saito and T. Ukachi: *Proceedings of the 43rd IWCS*, (1994) p.72.
- 3) T. Katsuta, H. Uchida, Y. Naito, Z. Komiya and T. Ukachi: *Proceedings of the 49th IWCS*, (2000) p.460.
- 4) J. Yoshizawa, Y. Naito, H. Takase, Z. Komiya and T. Ukachi: *Proceedings of the 48th IWCS*, (1999) p.680.