

光ファイバーコート材の新評価法

New Evaluation Methods for Optical Fiber Coating Material

伊藤 貴和*
Takayori Ito

宮城 秀文*
Hidefumi Miyagi

藤原 大*
Dai Fujiwara

加納 義久*
Yoshihisa Kano

概要 光ファイバーのコート材に用いられるUV硬化樹脂は、その硬化度によって物性が変化しファイバーの光伝送特性に影響を与えることが知られている。製品の品質を安定化させるためには、ファイバー上に樹脂が被覆された状態でコート材の硬化度を評価することが必要である。我々は、UV樹脂が二重に被覆された光ファイバーについて、剛体振り子型粘弾性装置を用いて対数減衰率の温度依存性を測定した。その結果、光ファイバの上の皮膜樹脂の硬化度とUV照射量の関係を明らかにした。一方、光ファイバーの生産性を向上させるため高速硬化性のUVコート材を開発することは必須である。しかし、そのUV硬化速度は非常に短時間のうちに反応が進行するためこれまでに有力な評価方法を確立することは困難であった。今回、Fast Oscillation Modeプログラムを組み込んだレオメータを用いることで光照射下でのUV硬化性樹脂の弾性率の時間変化を評価することができた。

1. はじめに

情報通信を支えている光ファイバーは、低損失、広帯域、細径、軽量、可とう性、無誘電、無漏話、資源の節約などの長所を有している。しかし、従来の通信ケーブルに用いられてきた導体材料（銅）に比べると、機械的強度が低く脆く割れやすいという欠点も有る。光ファイバーは、線引き、被覆、集合などのケーブル化から敷設までの工程で抗張力が要求される。また、敷設後には各種環境下において優れた静的・動的疲労特性が必要になる。そのため、光ファイバーは線引き直後に樹脂で被覆することにより、機械的強度を改善している。本報では光ファイバーコート材料の硬化度の評価方法について説明し、つぎに剛体振り子型粘弾性装置を用いた樹脂硬化度の評価方法、ストレス制御レオメータを用いた光照射下における樹脂硬化挙動についての評価結果を紹介する。

2. 光ファイバーコート材料の硬化度の評価方法

光ファイバーは、敷設された環境での温度・湿度の変動や経時によって伝送特性が大きく変化しないように設計されているが、この点においてコート材料の担う役割は大きい。一般に、光ファイバーには優れた伝送特性を有する石英系ファイバーが多用されている。しかし、石英系ガラスには外力に対して脆いという大きな欠点がある。これを補うために光ファイバ心線は石英系ガラスの外周を樹脂で被覆してある。被覆は通常2層構造になっている。すなわち、ガラスに直接接している樹脂層

（プライマリ層）は外力を分散させる目的で弾性率が小さな樹脂で構成してあり密着性や界面の安定性も求められる。その外側にはこれを保護し機械的強度を補償する目的で弾性率が比較的大きな樹脂層（セカンダリ層）で覆ってある（図1）。また多心線の場合、識別の目的で更に外周に着色層を設ける場合もある。

近年では、製造性の向上のため極短時間で硬化するUV硬化性樹脂を用いるのが主流になっている。そのため樹脂の塗布特性、硬化挙動、硬化状態など樹脂のレオロジー特性を把握することは製品の品質を保証すると共に安定した製造をするうえで重要な課題となっている（図2）。

硬化度の評価方法は、分光学的手法、熱分析、力学的方法、定性・定量分析に大別される。表1に主な評価方法を掲げる。UV硬化性樹脂は光の照射強度、照射エネルギー量、硬化時の温度、硬化雰囲気によって硬化度が変化するため、樹脂単体のベンチテストと製品の硬化皮膜で評価が異なる場合も見受けられる。我々は製品としての石英ガラスのファイバ上に被覆された状態での樹脂硬化度の評価に特に注目している。

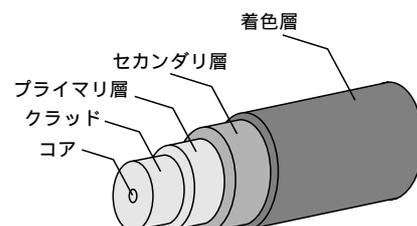


図1 光ファイバ心線の構造（模式図）
Structure of coated optical fiber

* 環境・エネルギー研究所 高分子材料技術センター

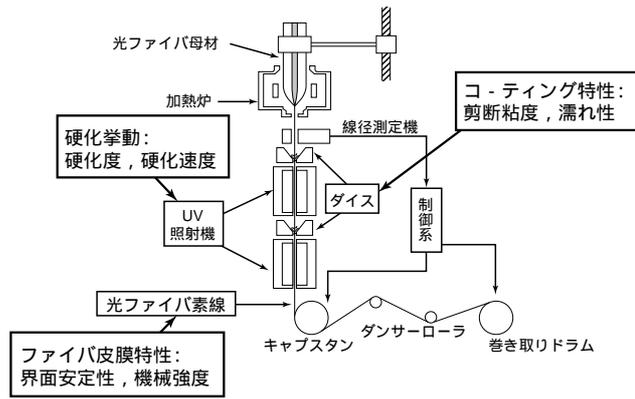


図2 光ファイバ線引き被覆装置の模式図と要求レオロジー特性
Process model of optical fiber drawing and required rheological properties

表1 光ファイバー用UVコート材の硬化度評価方法
Evaluation methods of the curing behavior of the optical fiber coating material

分類	力学的手法	分光学的手法	熱分析	定性・定量分析
評価方法	動的粘弾性 TMA Push in Modulus ダイナミックキュアメータ 剛体振り子型粘弾性装置	ATR-FTIR 顕微FTIR 時間分解FTIR	フォトDSC 光化学反応熱量測定	GC-MS ゲル分率測定

3. 剛体振り子型粘弾性装置を用いた皮膜の硬化度の評価

我々は、UV硬化性樹脂で被覆された光ファイバについて、エアードディ製剛体振り子型粘弾性装置 RPT-3000 を用いて、対数減衰率 Δ および振り子の周期 T を測定し硬化度を評価した。装置の概要を図3に示す。試料表面に振り子の支点を置き、振り子を振動させる。試料の温度を変化させながら、この振動の振幅の減衰の仕方や振動周期を解析することにより、試料の硬化度など力学的性質を評価することができる。試料がガラス状態からゴム状弾性体に相転移する温度では振り子の運動の損失が大きくなり振り子の振幅が速やかに減衰する。対数減衰率と振動周期は、図4の波形モデルに示したように次式で算出する。

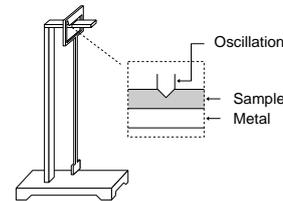


図3 剛体振り子型粘弾性装置
Rigid-body pendulum type physical properties testing instrument

対数減衰率: Δ

$$\Delta = \{ \ln(A_1/A_2) + \ln(A_2/A_3) + \dots + \ln(A_n/A_{n+1}) \} n$$

振動周期: T [s]

$$T = (P_1 + P_2 + \dots + P_n) n$$

ここで n は波数

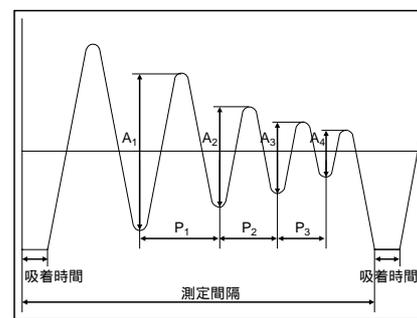


図4 振り子の減衰曲線 (モデル図)
Model of damping curve of the pendulum

UV照射条件を変えて試作したUV樹脂コーティング光ファイバについての対数減衰率 Δ の温度依存性を図5に示す。プライマリ材料及びセカンダリ材料のガラス転移温度 T_g に相当するピークが、-10 及び130 付近に観察される。このピーク温度は他の粘弾性装置で測定した転移温度と相関があることを確認している。UV照射量が増加すると、本評価方法でのピーク温度は高温側にシフトしている。ピークの形状もブロードに

なることから対数減衰率 Δ のピークが樹脂の硬化状態を現しているものと考えられる。本方法を用いれば、ファイバーに被覆された状態でのプライマリ材料及びセカンダリ材料ともに硬化状態をダイレクトに評価できるので、製造現場での品質管理に応用できるものとして期待している。

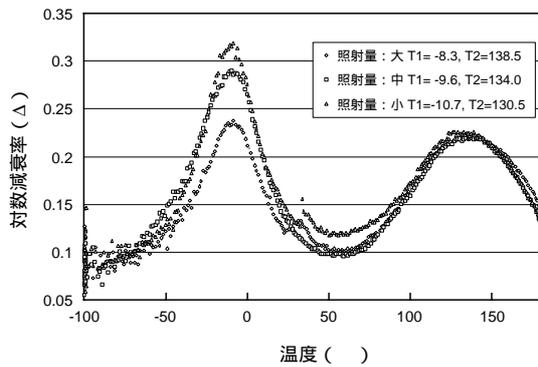


図5 対数減衰率の温度変化
A fluctuation of the logarithmic damping ratio of the coating resin on the optical fiber against a change in temperature

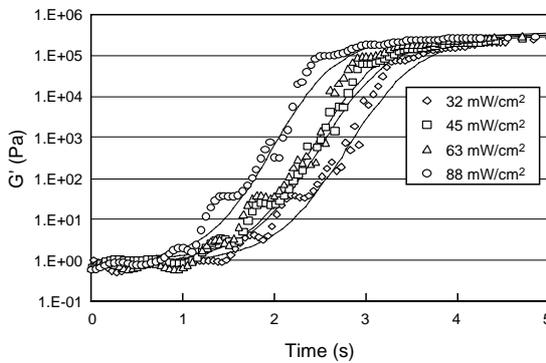


図6 光照射下におけるUV硬化樹脂の弾性率の時間変化
A change in modulus of elasticity of the UV curable resin under UV irradiation

4. 光照射下における樹脂硬化挙動の評価

UV硬化過程における硬化挙動の把握は、光ファイバーの製造条件の最適化や製品の信頼性に対して重要な課題となる。レオロジー製DAR-100を用いて光照射時に樹脂が硬化していく過程の弾性率を経時的に測定した。このレオメータにはFast Oscillation Modeプログラムが組みあわされており、非常に短いサンプリング時間での評価が可能であり、UV硬化が非常に速い光ファイバ用コート材料の硬化挙動にも適応できる。

このプログラムでは、動的粘弾性測定時における正弦波の1周期を512点に分割し、各々の点におけるトルクを計算・検出することができる。したがって周波数1 Hzで動的粘弾性を測定すると1秒あたり512点ものデータを採取することが可能である。図6に連続照射条件でのUVコート材の硬化過程における貯蔵弾性率G'の変化を示す。UV照射によって1秒程度の間G'が1 Paから10⁵ Paへと5桁増大している様子が観察された。また、照射強度を変化させて弾性率の時間変化を測定することで照射強度を強くすると樹脂の硬化速度が増大する様子も確認できた。この結果から、本システムは硬化過程でのG'の変化も明確であり、かつ短時間で硬化する光ファイバ用UVコート材の評価に対して非常に有効なものであると判断している。

5. おわりに

本報では光ファイバーコート材料の硬化度の評価方法について簡単に説明した。つぎに我々が試みている剛体振り子型粘弾性装置を用いたファイバーコート材の硬化度の評価方法、ストレス制御レオメータを用いた光照射下におけるファイバー用UV硬化樹脂の硬化挙動についての評価結果を説明した。

光ファイバ用コート材に対する粘弾性を指標にした評価は、新製品の開発及び製品の信頼性の維持に大きく貢献するものと考えている。