

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl<sup>7</sup>

C03C 25/10

G02B 6/44

# [12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 94194098.5

[45]授权公告日 2000年3月29日

[11]授权公告号 CN 1050825C

[22]申请日 1994.11.7 [24]颁证日 1999.12.24

[21]申请号 94194098.5

[30]优先权

[32]1993.11.15 [33]US[31]08/152,206

[86]国际申请 PCT/US94/12781 1994.11.7

[87]国际公布 WO95/13994 英 1995.5.26

[85]进入国家阶段日期 1996.5.10

[73]专利权人 美国 3M 公司

地址 美国明尼苏达州

[72]发明人 J·C·诺瓦克 B·J·克朗克

J·W·劳默 T·R·伍德沃德

D·A·克罗恩

[56]参考文献

EP0405549 1991. 1. 2 C03C25/02

GB2096353 1982. 10. 13 G02B5/14

JP58204847 1983. 11. 29 C03C25/02

JP60071551 1985. 4. 23 C03C25/02

US49713129 1990. 11. 27 G02B6/22

审查员 刘 星

[74]专利代理机构 上海专利商标事务所

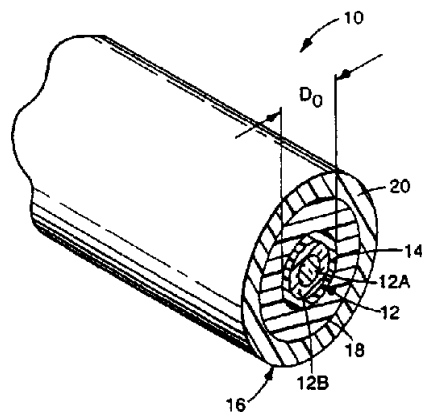
代理人 林蕴和

权利要求书 2 页 说明书 20 页 附图页数 2 页

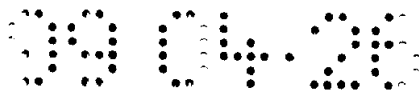
[54]发明名称 光纤元件及其制造方法

[57]摘要

一种光纤元件,包括数值孔径为 0.08 至 0.34 的光纤和粘合在该光纤外表面上的保护涂层。该保护涂层的肖氏 D 硬度值为 65 或 65 以上并且在光纤连接过程中仍保留在光纤上,这样光纤既不会被剥离工具的刀片损伤也不会受到化学或物理方面的损害。



ISSN 1008-4274



# 权 利 要 求 书

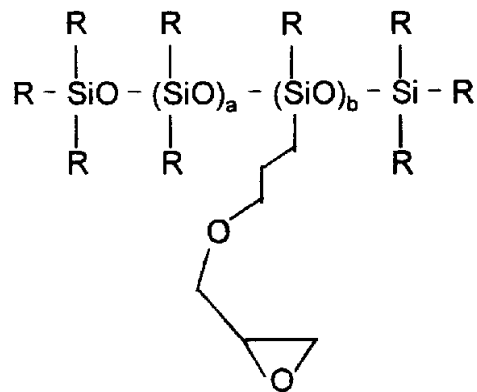
1.一种光纤元件, 包括:

一根具有数值孔径 0.08 至 0.34 的光纤,

一粘合在该光纤外表面上的永久性保护涂层,

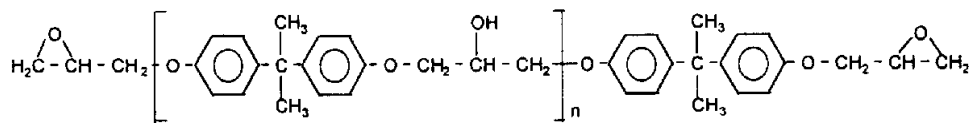
该保护涂层的肖氏 D 硬度为 65 或 65 以上, 其特征是该保护涂层是基本由下述物质构成的组分固化的反应产物:

a) 一种具有下列结构式的环氧官能团聚硅氧烷:



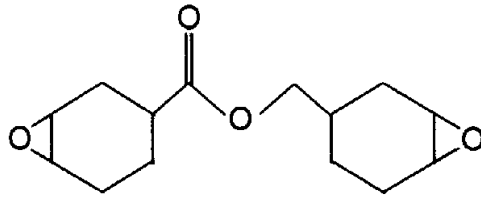
其中 a 对 b 的比例约为 1 : 2 至 2 : 1, 和 R 是一个 1 至 3 个碳原子的烷基; 以及选自下列一组物质的另一个含环氧官能团的组分;

b<sub>1</sub>)一种具有下列结构式的双酚 A 二环氧甘油醚树脂:

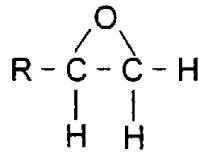


其中 n 是 0-2; 和

b<sub>2</sub>)一种具有下列结构式的环脂族环氧化合物:



b<sub>3</sub>)一种具有下列结构式的 $\alpha$ -烯炔环氧化合物:



其中 R 是 10 - 16 个碳原子的烷基,

一基本包住该光纤和该保护涂层的缓冲层,其特征是该缓冲层包括与该保护涂层相邻的内涂层,而该内涂层的模量为 0.5 至 20MPa .

2.如权利要求 1 的光纤元件,其特征是该缓冲层还包括与该内涂层相邻的外涂层,该外涂层的模量为 500 至 2500MPa .

3.如权利要求 1 的光纤元件,其特征是该保护涂层的厚度约为 8 至 23 微米.

# 说明书

---

## 光纤元件及其制造方法

### 发明领域

本发明涉及光纤元件,更具体地说,涉及包含光纤的光纤元件,该光纤有一粘合在其外表面上的保护涂层,当光纤连接时用其保护光纤。

### 发明的技术背景

在玻璃类的光纤元件的结构中,通常在拉制玻璃光纤后立即在其上面涂覆涂料以保护玻璃表面免受可能会遇到的化学和/或机械损伤的有害作用。玻璃纤维对这种类型的损伤是特别敏感的,这将使光纤的机械强度大大下降并导致其过早失效。

一般,在光纤上涂覆几层涂层,每一涂层有其特殊用处。一开始在里面涂覆软涂层以保护光纤免遭微弯损耗,而在软涂层上面涂覆较硬的第二层涂层使其耐磨损。

光纤元件连接作业(即,通过连接器或熔接装置将一个光纤元件与另一个光纤元件或其它光学元件连接)一般需除掉所有涂层使得玻璃表面裸露出来。通常用已被异丙醇之类的醇沾湿的软棉纸将玻璃表面擦干净。然后用粘合剂(如环氧粘合剂,热熔粘合剂或丙烯酸类粘合剂)将光纤固定到连接器的套圈或熔接装置中。粘合剂一固化(或冷却)就将光纤端面抛光,这样就完成了光纤与连接器相接的作业。

在光纤元件的连接作业期间,光纤是很容易损坏的。最初,在剥离操作时,光纤可能被为除掉外面涂层而使用的工具的刀片划出刻

痕。剥离之后,裸光纤暴露于当地的自然环境之中。这些自然环境可能包括水蒸汽和尘埃。水对玻璃表面有化学作用而灰尘有磨损作用。这两种作用都促使玻璃纤维损坏。光纤系统的大部分故障往往发生在连接器安装部位。

美国专利第 4,973,129 中对于光纤连接时光纤剥离和裸露遇到的问题已提出一种解决方法。该专利公开一种光纤元件,在该光纤元件中将肖氏 D 硬度值为 65 或 65 以上(按日本工业标准,室温下)的树脂组合物涂覆在数值孔径(NA)值为 0.35 或 0.35 以上的玻璃光纤表面,然后使该树脂固化形成底涂层,这底涂层在光纤连接时不必从光纤上剥去。而是,在光纤连接时(和以后)底涂层仍保留在光纤上以防其受到上述的损害。据称,可使用的光纤的 NA 值被限制在 0.35 或 0.35 以上,因为用这样一种硬树脂涂覆在光纤上使微弯所引起的光学损耗(“微弯损耗”)增大了。发现在 NA 值低于 0.35 的光纤中,微弯损耗大得使光通信变得不切实际。但是,当光纤的 NA 为 0.35 或 0.35 以上时,微弯损耗就不成为问题。

遗憾的是,要求光纤的 NA 值为 0.35 或 0.35 以上的光纤元件不能在工业上应用。众所周知,NA 是在光纤中会被接收和传输的光的角度的度量。NA 值为 0.35 或 0.35 以上的光纤元件在通信、数据传输和其它高带宽用途方面的应用很有限,其原因有两个:1)有限的信息运载量以及 2)与现行的、标准化的通信光纤(通常 NA 值小于 0.29)不匹配。光纤的信息运载量通常用带宽表示。带宽是信息可通过光纤的最大速率的度量(通常以  $\text{MHz}\cdot\text{Km}$  表示)。带宽与 NA 成反比,因为高阶模(类似于入射光角度较高)在光纤中光程较长,这样造成脉冲加宽或色散。当各个脉冲通过光纤时,由于色散而使它们不再能相互分辨,这时就出现光纤元件的带宽限制。因此,光纤的 NA 值越大,光纤的带宽就越小(而且信息运载量亦越小)。大部分工业应用的光纤的 NA 值为 0.29 或 0.29 以下。NA 值为 0.35 或

0.35 以上的光纤在给定的时间内运载信息的量远少于这些工业应用的光纤,因而它们是不理想的。

当将一个光纤元件与另一个光纤元件熔接或连接时,它们不匹配就成为问题。在这种情况下,重要的是使连接处的信号衰减为最小。当较高 NA 值的光纤元件被拼接到较低 NA 值的光纤元件上时,超过接收光纤 NA 值的所有的光都将衰减掉。光运载量与 NA 的平方成正比。这样,例如,当光从 NA 值为 0.35 的光纤传输到 NA 值为 0.275 的光纤时,将损失 38% 的光。这种信号损失是大的,也是不能接受的。

因此,在本领域中需要在连接时可保护光纤并且也允许使用 NA 值在 0.35 以下的光纤的光纤元件。

### 发明概述

本发明提供一种光纤元件,该光纤元件包括数值孔径范围为 0.08—0.34 的光纤和粘合在其外表面上的一层保护涂层,该保护涂层的肖氏 D 硬度值为 65 或 65 以上,在连接时该涂层仍保留在光纤上(即,不从光纤上剥离),使得光纤既不会被剥离工具的刀片损伤也不会经受由如水蒸汽或尘埃引起的化学或物理方面的损害。

较佳的是光纤元件还包括一缓冲层,该缓冲层基本包住光纤和保护涂层。该缓冲层可包括一内部的弹性层和一外部的刚性层。内部弹性层的模量(如 0.5—20MPa)最好低得足以使光纤能防止微弯损耗。外部刚性层的模量(如 500—2500MPa)最好高得足以保护下面几层免遭磨损和机械损伤。

保护涂层最好与光纤和缓冲层的内部弹性层形成粘合键合。保护涂层和缓冲层以这种方式形成一个完整的涂层。但是,在连接时,必须除去相当多的缓冲层以让光纤和保护涂层插入熔接装置或连接器内并与其粘合。为便于连接,保护涂层和光纤之间形成的粘合力要

大于保护涂层和内部弹性层之间形成的粘合力,这样可以使缓冲层很容易从光纤和保护涂层上剥离。

本发明也提供一种生产光纤元件的方法。该方法包括下列步骤:  
提供数值孔径范围为 0.08—0.34 的光纤;并且

在光纤的外表面上粘合保护涂层,该保护涂层的肖氏 D 硬度值为 65 或 65 以上。

该方法可进一步包括涂覆基本包住光纤和保护涂层的缓冲层的步骤,该缓冲层包括内部弹性层和外部刚性层。

### 附图简要说明

图 1 为根据本发明的光纤元件的构造图,该光纤元件包括光纤、保护涂层和缓冲层;

图 2 为实例 1 的光纤元件和动态疲劳分析图(Weibull 图);

图 3 为实例 2,3,5 和 6 的微弯测试结果图;和

图 4 为实例 5 和 6 的宏观弯曲测试结果图。

### 本发明的详细说明

图 1 表示根据本发明的光纤元件 10 的构造。光纤元件 10 包括光纤 12,保护涂层 14 和缓冲层 16。光纤 12 进一步包括纤芯 12A 和包层 12B。纤芯 12A 和包层 12B 最好是玻璃构成的,但也可以是任何合适的材料构成。例如,纤芯 12A 也可以由下列材料制成:聚甲基丙烯酸甲酯、聚苯乙烯、聚碳酸酯,上述材料的合金、类似上述材料的氟化物或氟化物。氟聚合物及其合金,以及聚硅氧烷。包层 12B 也可以是由不同于玻璃的材料制成的,诸如氟聚合物、氟弹性体和聚硅氧烷。缓冲层 16 沿纵向包住光纤 12 和保护涂层 14,并且它最好包括内部弹性层 18 和外部刚性层 20。内层、弹性层 18 使光纤元件 10 能防微弯损耗,而外层、刚性层 20 使下面几层免遭磨损和机械损伤。

光纤 12 的数值孔径(NA)范围可以是任意所需的,但最好 NA 值范围为 0.08—0.34。而且,光纤 12 可以是单模光纤(即,仅承载一条光线顺光纤元件通过时可依循的光路)或多模光纤(即,可承载多条光线顺光纤元件通过时所依循的光路)。当光纤 12 是单模元件时,其 NA 的范围最好约为 0.11—0.20。当光纤 12 是多模光纤时,其 NA 范围最好约为 0.26—0.29。

保护层 14 被粘合在光纤 12 的外表面上(或更确切地说,在包层 12B 的外表面上)。在光纤连接过程中,将光纤元件 10 端部的预定长度上的缓冲层剥离,使光纤正好插入光纤连接器或熔接装置中并与其粘合。但是,在连接过程中保护层 14 仍保留在光纤 12 的外表面上(即未从光纤上剥离)并且以后永久留在那里。保护层 14 以这种方式防止光纤 12 遭受剥离工具(用来除去缓冲层 16)的刀片损伤或因例如,水蒸汽或尘埃引起的化学和物理方面的侵袭而强度受损,否则如果光纤 12 的玻璃表面裸露出来就会发生上述损伤或损害。保护层 14 的硬度应高到足以使涂层抵抗机械力而且耐磨。具体地说,保护层 14 应可使光纤元件 10 被搬运、剥离、擦干净并紧固在连接器或熔接装置内而不会使光纤 12 的表面遭受损伤。而且,光纤一旦被紧固和粘合在连接器或熔接装置内,保护层 14 应该硬得足以使光纤 12 不会因为带涂层的光纤在连接器或熔接装置内的径向运动而出现信号损失。当它的肖氏 D 硬度值为 65 或 65 以上时(按美国材料试验协会标准 D—2240 测定),保护层 14 的硬度足以满足上述应用。

除了肖氏 D 硬度值为 65 或 65 以上之外,理想的保护层还应具有下列特性:

- 1) 阻止水蒸汽、尘埃和其它化学试剂对玻璃光纤的化学和机械侵袭;

- 2) 涂层的表面特征是这样的:保护层牢固粘合在光纤的玻璃

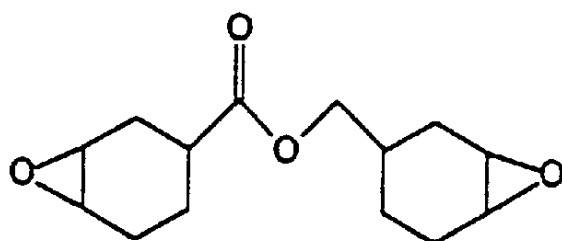


其中,  $n$  的平均值的范围为 0—2, 更佳的是,  $n$  的平均值小于 1。

合适的双酚 A 二环氧甘油醚树脂可以从 Dow 化学公司购得, 其商品牌号为 D. E. R. 331 和 D. E. R. 332; 也可从壳牌石油公司购得, 其牌号为 Epon 828。在保护涂料中双酚 A 二环氧甘油醚的含量约为 0—20% (重量), 环氧官能团聚硅氧烷约为 80—100% (重量)。在环氧官能团聚硅氧烷中 a 对 b 的比例上限降到约为 1.5 : 1 (这样其范围为 1 : 2—1.5 : 1), 则保护涂料中双酚 A 二环氧甘油醚树脂的含量可提高到约 30% (重量)。应当指出, 保护涂料可含有其它组分 (如, 催化剂、敏化剂、稳定剂等)。这样, 上述重量百分数仅以保护涂料中所存在的环氧官能团聚硅氧烷和双酚 A 二环氧甘油醚的总量为基准。

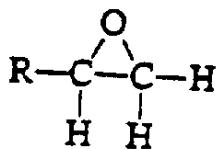
保护涂层材料的另一个实例是, 上面列出的双酚 A 二环氧甘油醚树脂可单独用作保护涂料 (即, 没有任何环氧官能团聚硅氧烷)。

合适的保护涂料的再一个实例是, 除上述环氧官能团聚硅氧烷之外还具有下述结构的环脂族环氧化合物:



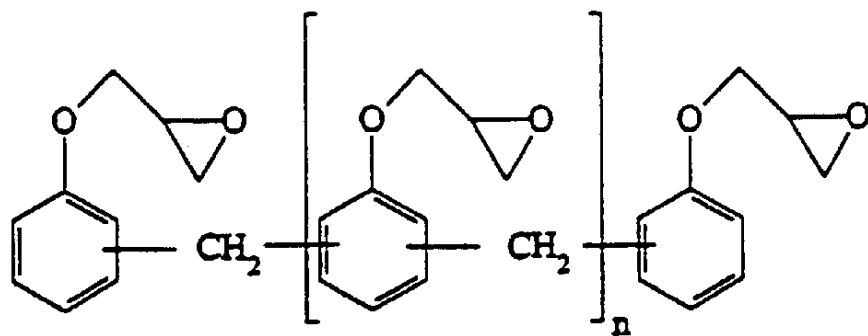
合适的环脂族环氧化合物可从联合碳化物公司购得, 其商品牌号为 ERL4221。在这种情况下, 环氧官能团聚硅氧烷中 a 对 b 的比例范围最好约为 1 : 2—1.5 : 1, 并且在保护涂层中环脂族环氧化合物的含量范围约为 0—50% (重量) (其余为环氧官能团聚硅氧烷)。如前所述, 该重量百分数是以保护涂料中环氧官能团聚硅氧烷和环脂族环氧化合物的总量为基准。

合适的保护涂料的另一个实例是除前述环氧官能团的聚硅氧烷和环脂族环氧化合物之外还有下列结构的  $\alpha$ -烯烴环氧化合物：



其中, R 是 10—16 个碳原子的烷基。这种  $\alpha$ -烯烴环氧化合物可从纽约州布法罗市 Atochem North America, Inc. 购得, 其商品名为 Vikolox。最好在保护涂层中  $\alpha$ -烯烴环氧化合物的含量约为 20% (重量), 环脂族环氧化合物的含量范围约为 27—53% (重量), 其余为环氧官能团聚硅氧烷。而且, 在环氧官能团聚硅氧烷中 a 对 b 的比例范围最好约在 1.5 : 1—2 : 1。此外, 重量百分数仍是以保护涂料中环氧官能团聚硅氧烷, 环脂族环氧化合物和  $\alpha$ -烯烴环氧化合物的总量为基准。

根据本发明的保护涂料还有一个实例是具有下述结构的线型酚醛环氧清漆：



上述结构式中, n 的平均值范围为 0.2—1.8。较佳值是 0.2。这种线型酚醛环氧清漆可从 Dow 化学公司购得, 其商品牌号为 D. E. N.<sup>™</sup>431, D. E. N.<sup>™</sup>438 和 D. E. N.<sup>™</sup>439。

正如上面提到的,缓冲层 16 最好包括内部弹性层 18 和外部刚性层 20。业已发现在保护涂层 14 的纵向外表面上涂覆比较软的弹性层 18 可将微弯损耗减至最小。因此,即使保护涂层 14 的硬度高(肖氏 D 硬度在 65 或 65 以上),比较软的内部弹性层 18 也可使实际上具有任何 NA 值的光纤用于本光纤元件而不会造成不可接受的高微弯损耗。因为这个原因,可以使用 NA 值范围为 0.08—0.34 的工业用的光纤。

为了充分防止微弯损耗,内部弹性层 18 的模量范围以 0.5—20MPa 为佳。而且最好内部弹性层 18 能够与保护涂层 14 键合。保护涂层 14 和缓冲层 16 以这种方式一起形成光纤 12 的一个完整的涂层。但是,保护涂层 14 和内部弹性层 18 之间的粘合要弱得足以使缓冲层 16 可以从保护涂层 14 上容易地剥离。具体地说,保护涂层 14 和光纤 12 之间的粘合应比保护涂层 14 和内部弹性层 18 之间的粘合更为牢固。这样,可以从光纤元件 10 上方便地剥离缓冲层 16 同时又不会除去保护涂层 14 或造成对光纤 12 的损伤。

内部弹性层 18 可以用具有前述物理性能的任何材料构成。合适的材料的实例包括含丙烯酸酯或环氧官能团的氨基甲酸乙酯类、硅氧烷类、丙烯酸酯类和环氧化合物类。最好是用紫外线照射容易固化的材料。模量在所需 0.5—20MPa 范围内的这类材料可以购得。较优选的是丙烯酸官能团硅氧烷类(可从加利福尼亚州托兰斯的 Shin—Etsu Silicones of America, Inc 购得)。特别优选的丙烯酸酯官能团硅氧烷是 Shin Etsu OF—206,在室温下测定其模量为 2.5MPa。

外部刚性层 20 防止下面几层受到磨损和压力。所以,外部刚性层 20 的模量范围以 500—2500MPa 为佳。可用来构成外部刚性层 20 的可接受材料的非限制实例包括含丙烯酸酯或环氧官能团的氨基甲酸乙酯类、硅氧烷类、丙烯酸酯类和环氧化合物类。优选的是含丙烯酸酯官能团的氨基甲酸乙酯类。这样的丙烯酸酯化的氨基甲酸

乙酯可从 DSM Desotech, Inc., Elgin, Il. 购得, 其商品名为 Desolite 950-103, 模量为 1300MPa (23°C)。

光纤元件 10 的和光纤 12 的直径, 以及保护涂层 14 和缓冲层 16 的厚度将随光纤元件的具体应用而变化。通常, 最好是光纤 12 和保护涂层 14 的总直径  $D_0$  与带涂层的光纤要插入的连接器、熔接装置或其它光学元件相匹配。这样, 直径  $D_0$  应不大于(也不要过小)这些元件可接纳的直径。关于这一点, 业已发现当直径  $D_0$  的范围约在 120-130 $\mu\text{m}$ , 最好是 125 $\mu\text{m}$  时, 光纤元件 10 可与大多数工业应用的连接器、熔接装置以及其它光学元件相匹配。在这种直径情况下, 保护涂层 14 的厚度范围约在 8-23 $\mu\text{m}$ , 包层 12B 的厚度范围约在 8-24 $\mu\text{m}$ , 纤芯 12A 的直径一般约为 62.5 $\mu\text{m}$ 。但是, 应当懂得这样的厚度/直径仅表示现行的工业标准而已, 可以对它们进行改变而不偏离本发明的范围。

进一步根据现行的工业标准, 光纤元件 10 的总直径范围最好约在 240-260 $\mu\text{m}$ 。因此, 内部弹性层 18 的厚度范围最好约在 15-38 $\mu\text{m}$ 。而且外部刚性层 20 的厚度范围最好约在 25-48 $\mu\text{m}$ 。同样, 这样的范围也仅表示现行的工业标准而已。本发明对厚度或直径没有任何一组具体的限制范围。

光纤元件 10 可以用任何普通的光纤生产技术生产。这样的技术一般包括一个拉丝塔, 在该塔内将预制玻璃棒加热以生产细的玻璃纤维。垂直拉制该纤维通过拉丝塔。沿拉制路径, 该纤维通过一个或几个涂覆处, 在涂覆处在刚拉制的纤维上涂覆各种涂料并且在线固化。每一涂覆处有一口模, 该口模有一出口小孔, 该小孔的大小被调节到将所需厚度的特定涂料涂覆到光纤上。在每一涂覆处附近有同心度监控仪和激光测量装置以保证在该涂覆处涂覆的涂料被同心地涂覆到所需的直径。

为便于涂覆过程, 形成保护涂层 14 和缓冲层 16 的组合物粘度

范围以 800—15,000 厘泊为佳,900—10,000 厘泊为更佳。更方便的是,在同一涂覆处可以涂覆湿的内部弹性层 18 和湿的外部刚性层 20,然后一齐固化。

为了更容易理解本发明,提供以下实例作参考,这些实例是用来对本发明进行说明,而不是用来限制本发明范围的。

## 光纤控制方法

### 预制棒的制备

首先根据美国专利第 4,217,027 号制备光纤的预制棒。

### 光纤控制

·在控制工艺中用的光纤控制塔是以封闭的 Nokia 系统为基础,该系统是以 Nokia—Maillefer 光纤控制塔(芬兰,万塔)为特征的。为开始拉制过程,采用向下进给系统以控制光纤预制棒进入 15KW 的 Lapel 氧化锆感应电炉(纽约州马斯杰斯,Lapel 公司)的速率,在该炉内预制棒被加热到可以拉制光纤的温度(约在 2200—2500℃)。在加热源下面,用 LaserMike 激光远距离测量装置测量拉出的光纤直径同时监控塔内的光纤位置。

然后刚形成的光纤被通往底涂料涂覆处,在该处涂覆保护涂料。该涂覆处包括一涂覆模组件、一熔融设备公司的微波紫外线固化设备、同心度监测仪和另一个激光远距离测量装置。该涂覆模组件是 Norrsken 公司设计的,它由口径控制模、背压模和外壳组成,该组件是装在可调节间距、斜度和可 x—y 方向平移的架子上。这些调节用来控制涂层的同心度。将保护涂层材料从加压容器输送到涂覆模组件,并且在底涂料涂覆处被涂覆、固化和测量。

然后带涂层的光纤继续通往第二涂覆处,在该处向光纤上涂覆缓冲层。在某些情况下,在第二涂覆处需要以湿盖湿的方式同时涂覆

两个缓冲层。这时要再用一个口径控制模和再用一个容器以向此模送料。涂料被相继涂覆,然后固化并且测出外径。需要时,经另外的涂覆处可涂覆另外的涂层。最后,制成的光纤元件被拉着通过一个控制卷筒并且被缠绕在卷线轴(Nokia)上。

## 测试

### 涂层直径

涂层的直径和同心度用 Olympus STM—MJS 测量显微镜和 Measure Graph 123 软件 (Rose Technologies 出品) 进行测量。该技术是使一个圆拟合绕圆周选取的几个点。通过软件求出并报告这些圆的直径和它们对中心的偏离 (因光纤结构的不同部分引起的)。

### 连接器温度循环

本试验是仿照 Bellcore 试验 TR NWT—0003236 (1992 年 6 月),“光纤接头的一般技术要求”。该 Bellcore 试验是 $-45^{\circ}\text{C}$ 至 $70^{\circ}\text{C}$ 循环 14 天。这里所用的试验方法是 $-45^{\circ}\text{C}$ 至 $60^{\circ}\text{C}$ 循环 48h。报告的值在这段时间里的最大值。

### 动态疲劳试验

本试验方法类似于光纤试验方法 (“FOTP”) 28。其不同之处如下:

应变速率 = 9%/分

计量长度 = 4m

环境 = 实验室环境

### 微弯试验

按 FOTP—68 进行微弯试验,报告得到的最高值。

## 宏观弯曲试验

宏观弯曲试验由测定绕各种直径的心轴转  $180^\circ$  的光纤传输组成。该传输按盘绕光纤的输出功率/未盘绕光纤的输出功率之比确定。要注意保证光纤中别的圆环都大 (半径  $>10\text{cm}$ ) 得足以使它们不影响损耗。

## 数值孔径测试

数值孔径用 Photon Kinetics FOA - 2000 型测试仪, 参照 FOTP-177“梯度型折射率光纤的数值孔径的测量”而确定。为适应实验的光纤, 本试验方法改用较短长度的光纤 ( $0.2-0.5\text{km}$ ), 而不是长度  $\geq 1\text{km}$  的光纤 (FOTP 规定)。

## 拉出试验

用拉力的拉出试验测定连接器粘合剂对保护涂层 (在光纤连接过程中该涂层仍保留在光纤上而且以后永久在那里) 的粘合程度。选用“ST”连接器结构, 因为它可以购得并与试验设备相匹配。该连接器由一个安装在筒体内的氧化锆套圈组成, 并有一个卡口组件固定于其上。

## 光纤制备

在以下所有的实例中, 取每段制成的光纤元件为 12 吋长, 它们被剥离到露出  $1.5-2.0\text{cm}$  的保护涂层, 然后用异丙醇沾湿的薄棉纸将其擦干净。在插入连接器之前让光纤的端部晾干。

## 双组分环氧化合物

使用供光纤连接器用的标准的双组分环氧化合物 (Tra-Con

\*BA-F112 或 3M #8690, 零件号 80-6107-4207-6)。按照厂家说明书将其混合, 并从混合的封包倒入注射器针筒内。装上注射器杆, 注意避免空气进入液体内。把钝头的针装在注射器上。用这注射器具把粘合剂从筒的端部注射到套圈里直到顶部有粘合剂为止。插入光纤使得缓冲涂层在筒体的底部。粘合剂在 90°C 下固化 25 分钟。

### 热熔粘合剂

用一种作为产品预装在 ST 连接器 (商品牌号 3M6100 Hot Melt 的连接器, 零件号 80-6106-2549-5) 里的聚酰胺热熔粘合剂。连接器在要求的烘箱 (3M 零件号 78-8073-7401-8) 内加热 2 分钟再取出。立即装上光纤使得缓冲层在筒体的底部。然后连接器被搁置不动直至冷却。

### 拉出试验

用 Instron 拉力试验机 (4201 型) 进行拉出试验。记录拉出前的负荷的峰值。取 5 或 10 个测试值的平均值作为每个样品的拉出值。

### 衰减谱

用 Photon Kinetics FOA-2000 型测试仪测定光纤的衰减谱。该测试是参照 FOTP-46 进行。

### 催化剂配方

对于每一个实例, 使用下列催化剂配方:

40 份六氟碘合锑(V)酸二(十二烷基苯基)

60 份 C<sub>10</sub>-C<sub>14</sub> 醇的混合物

4 份 2-异丙基噻吨酮

## 实例

### 实施例 1 环氧官能团聚硅氧烷

#### 保护涂料配方

将 95 份环氧官能团聚硅氧烷和 5 份上述催化剂配剂完全混合制成保护涂料的配剂。环氧官能团聚硅氧烷的结构式前文已表示,其中 a 对 b 的比例是 1:1 并且 R 是甲基。然后通过  $0.2\mu\text{m}$  的聚砜滤片将该配剂过滤到琥珀色的玻璃瓶中。加入 1 份 3-缩水甘油氧丙基三甲氧基硅烷并使其完全混合。

#### 涂覆方法

将保护涂料配剂涂覆到以拉制速度 30 米/分刚从 Diasil (商品名) 预制棒拉出来的直径  $110\mu\text{m}$  的光纤上,使涂覆后直径为  $125\mu\text{m}$ 。使涂料固化,然后涂覆丙烯酸酯化的氨基甲酸乙酯 (Desotech 公司, 品级 950-103) 缓冲层并使其固化成直径  $250\mu\text{m}$ 。

#### 动态疲劳分析

使制成的光纤经受拉伸试验至破坏 (动态疲劳分析)。这种测试的 Weibull 统计结果示于图 2。

#### 拉出试验

用通用的剥离工具容易除去本实例和用相似方法涂覆的光纤元件的缓冲涂层。连接器拉出试验得到下述结果。

热熔粘合剂	5.2 磅
双组分环氧化合物	6.1 磅

### 实例 2 环氧官能团聚硅氧烷/双酚 A: 双涂层

#### 保护涂料配方

将实例 1 用的 75 份环氧官能团聚硅氧烷混合物与 25 份商品牌号为 Epon 828 的双酚 A 二环氧甘油醚树脂 (从壳牌石油公司购得) 混合。加入 5.3 份催化剂配剂并完全混合。再通过  $1.0\mu\text{m}$  的 Teflon

(聚四氟乙烯)滤片过滤到琥珀色玻璃瓶中。

#### 涂覆方法

将保护涂料配剂涂覆到以拉制速度 45 米/分刚从梯度型折射率预制棒上拉出来的直径  $100\mu\text{m}$  的玻璃纤维上并使其固化成直径  $125\mu\text{m}$ 。涂覆丙烯酸酯化的氨基甲酸乙酯(DSM 950-103, 由 DSM Desotech 公司购得, 模量 1300MPa) 缓冲层涂料并使其固化成直径  $250\mu\text{m}$ 。

#### 微弯试验

按 FOTP-68 对制成的光纤元件进行微弯试验。其结果是最大损耗为 4.4 分贝 (见图 3)。

#### 拉出试验

一个用相似方法涂覆的光纤元件的连接器的拉出测试结果如下:

热熔粘合剂	7.2 磅
双组分环氧化合物	4.4 磅

#### 实例 3 环氧官能团聚硅氧烷/双酚 A: 三涂层

##### 保护涂料配方

保护涂料配方如实例 2 所述。

##### 涂覆方法

将保护涂料配剂涂覆到以拉制速度 45 米/分刚从梯度型折射率预制棒上拉出来的直径  $100\mu\text{m}$  的玻璃纤维上并使其固化成  $125\mu\text{m}$  直径。然后涂覆内外缓冲层(牌号分别为 DSM 950-075 和 DSM 950-103)再同时固化。其直径分别为 183 和  $226\mu\text{m}$ 。内缓冲层的模量为 3.8MPa 而外缓冲层的模量为 1300MPa。

##### 拉出试验

光纤元件的连接器的拉出试验结果如下:

热熔粘合剂	2.6 磅
-------	-------

## 双组分环氧化合物 6.2 磅

### 微弯试验

按 FOTP-68 对制成的光纤元件进行微弯试验,其结果是最大损耗为 1.15 分贝(见图 3)。

### 实例 4 酚醛环氧清漆

#### 保护涂料配方

将 95 份环氧酚醛清漆与 5 份催化剂配剂完全混合制成保护涂料配剂。通过  $0.5\mu\text{m}$  特氟隆滤片将该配剂过滤到琥珀色瓶中。

#### 涂覆方法

将保护涂料配剂涂覆到以拉制速度 45 米/分刚从未抛光的预制棒上拉出来的  $100\mu\text{m}$  的玻璃纤维上并使其固化成直径  $125\mu\text{m}$ 。涂覆丙烯酸酯化的氨基甲酸乙酯 (DSM 9-17) 缓冲层涂料并使其固化成直径  $250\mu\text{m}$ 。

#### 拉出试验

光纤元件的连接器拉出试验结果如下:

热熔粘合剂	6.2 磅
双组分环氧化合物	6.5 磅

### 实施例 5 环氧官能团聚硅氧烷/双酚 A: 三涂层

#### 保护涂料配方

将实例 1 用的 75 份环氧官能团聚硅氧烷混合物与 25 份牌号为 Epon 828 的双酚 A 二环氧甘油醚树脂(从壳牌石油公司购得)混合。加入 10 份催化剂配剂并使其完全混合,再通过  $1.0\mu\text{m}$  特氟隆过滤片过滤到琥珀色玻璃瓶中。

#### 涂覆方法

将保护涂料配剂涂覆到以拉制速度 45 米/分刚从梯度型折射率

预制棒上拉出来的  $100\mu\text{m}$  的玻璃纤维上并使其固化成直径  $125\mu\text{m}$ 。然后涂覆内外缓冲层并使其同时固化,其直径分别为  $184$  和  $250\mu\text{m}$ 。内缓冲层的模量为  $2.5\text{MPa}$  而外缓冲层的模量为  $1300\text{MPa}$ 。

#### 拉出试验

光纤元件的连接器拉出试验结果如下:

热熔粘合剂	3.0 磅
双组分环氧化合物	6.4 磅

#### 微弯试验

按 FOTP-68 对光纤元件进行微弯试验,其结果是最大损耗为  $0.76$  分贝(见图 3)。

#### 宏观弯曲试验

对光纤进行宏观弯曲试验,其结果示于图 4。

#### 数值孔径

测得的数值孔径为  $0.258$ 。

#### 衰减谱

根据修改的 FOTP-46,测得衰减谱如下:

@ $850\text{nm}$  =  $6.03\text{ db/km}$

@ $1300\text{nm}$  =  $3.5\text{ db/km}$

(对照)例 6 Corning  $62.5/125\mu\text{m}$

本对照例所用的光纤是 Corning 公司的光纤,它的标志为:

产品:LNF(TM)  $62.5/125$  光纤

涂层:CPC3

光纤标号:262712272304

#### 拉出试验

光纤的连接器拉出试验结果如下:

热熔粘合剂	5.9 磅
-------	-------

## 双组分环氧化合物 4.6 磅

### 微弯试验

按 FOTP-68 对光纤进行微弯试验,其结果是最大损耗为 0.42 分贝(见图 3)。

### 宏观弯曲试验

光纤的宏弯试验结果示于图 4。

### 数值孔径

由 Corning 公司提供的光纤的数值孔径为 0.269(未提方法)。

### 衰减谱

由 Corning 公司提供的光纤的衰减谱值如下(未提方法):

@850nm=2.7 db/km

@1300nm=0.6 db/km

### 实例 7 硬度试验

按照美国材料试验协会(ASTM) D-2240 的通用方法,用装在肖氏杠杆加载器(Shore Leverloader)上的肖氏 D 硬度计测定各种保护涂层配剂的肖氏 D 硬度值。重复多次将涂在薄涂层上的薄涂层固化,得到大圆盘形材料样品。在室温(23℃)下测试样品。

### 配方 1

95% 环氧官能团聚硅氧烷,其中 a : b 比例为 1 : 1 并且 R 是甲基;和

5% 催化剂

### 配方 2

71.2% 环氧官能团聚硅氧烷,其中 a : b 比例为 1 : 1 并且 R 是甲基;

23.8% 牌号为 Epon 828 的双酚 A 二环氧甘油醚树脂;并且  
5% 催化剂

### 配方 3

31.7% 环氧官能团聚硅氧烷,其中 a : b 比例为 2 : 1 并且 R  
是甲基;

63.3% 牌号为 ERL-4221 环脂族环氧化合物;和  
5% 催化剂

### 配方 4

95% Dow 公司的牌号 D. E. N. 431 酚醛环氧清漆;和  
5% 催化剂

结果:肖氏 D 硬度

配方	试验号	平均值	偏差
1	*	*	*
2	6	70	2
3	6	71	3
4	7	77	4

\* 由于样品的脆性,当硬度计针尖穿入样品时样品就裂开,因此未能  
得到准确值。

# 说 明 书 附 图

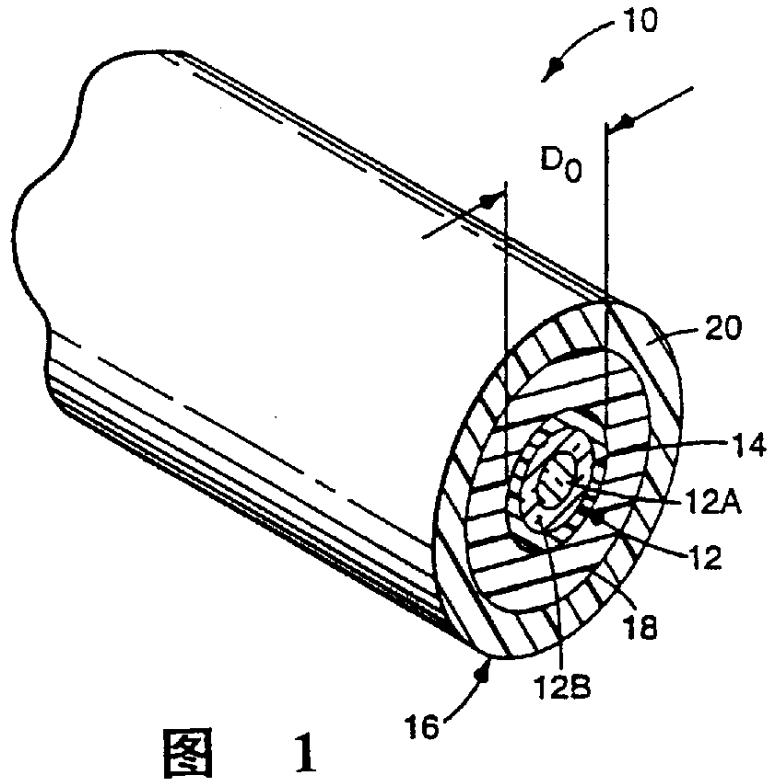


图 1

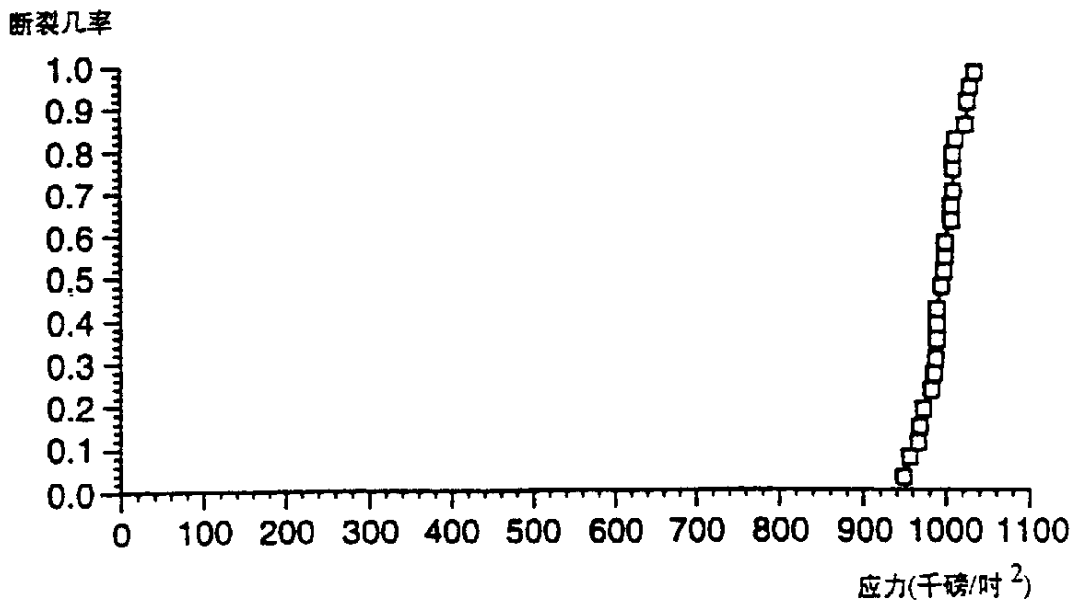


图 2

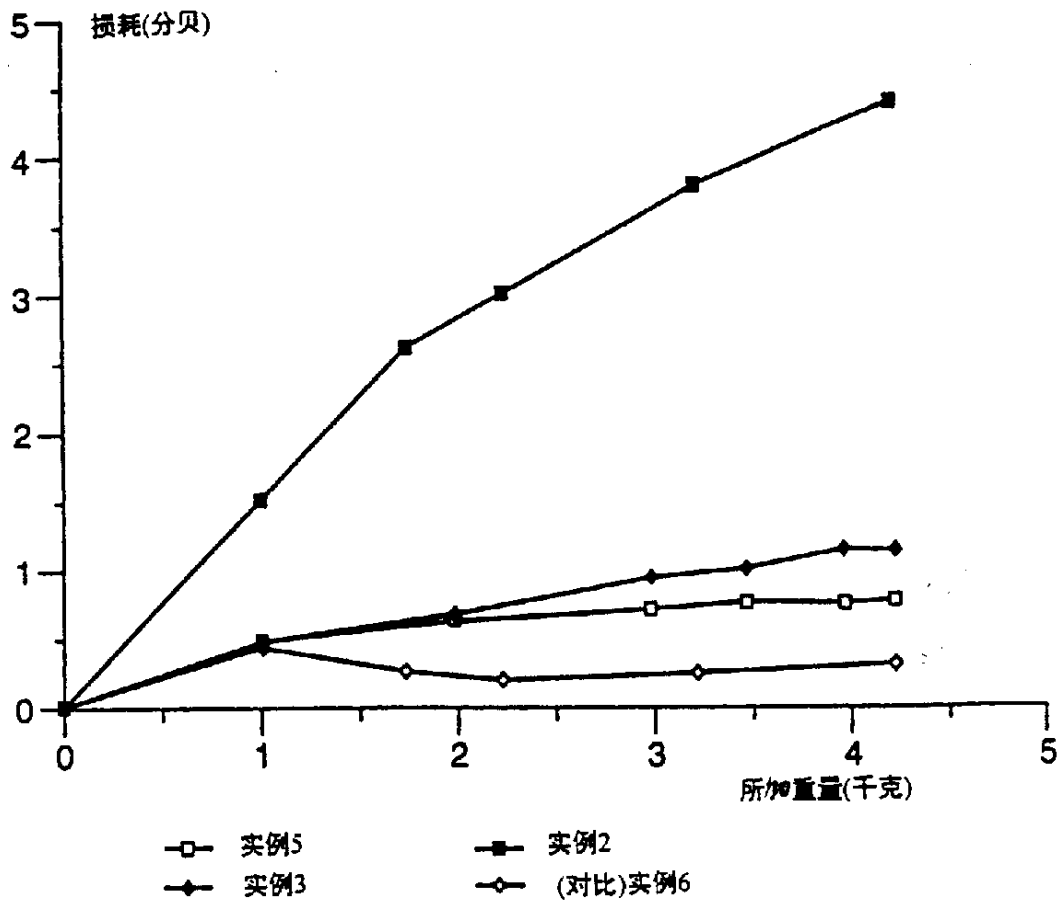


图 3

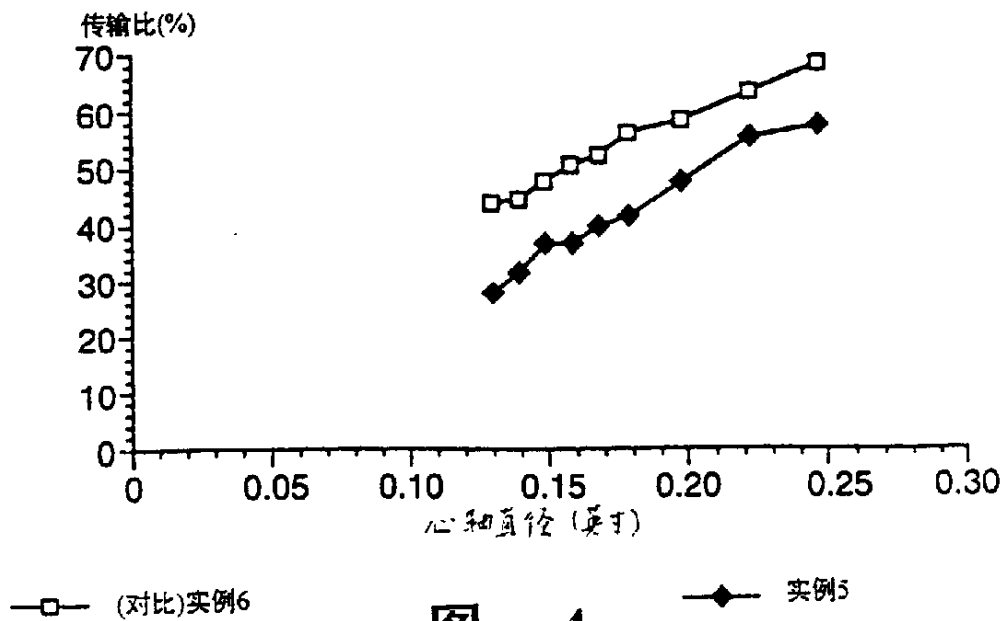


图 4