

광섬유의 인장강도에 미치는 Drawing Condition의 영향

한 택 상, 최 삼 삼
한국과학기술원, 응용광학연구소
(1981년 12월 12일 접수)

The Effect of Drawing Conditions on the Tensile Strength of Optical Fiber

Taek-Sang Hahn and Sang-Sam Choi

Applied Optics Lab., KAIST

(Received Dec. 12, 1981)

ABSTRACT

Drawing optical fibers in a graphite furnace is one of the most convenient and economical means of producing optical fiber.

Since the flaw formation on optical fiber is mainly due to dust contaminations during drawing and surface corrosion by water vapor penetration through coating layer, the tensile strength of optical fiber drawn in a graphite furnace is greatly influenced by the drawing conditions. The important factors found in this investigation were preform treatment (fire polishing), furnace interior environment (dust contamination, inert gas flows), primary coating condition (resin curing temperature, coating materials, method, thickness) and fiber pulling condition (furnace temperature, drawing speed, pulling tension).

The tensile strength at optimum drawing conditions turned out to be 5~6 GPa.

1. 서 론

광섬유를 이용한 통신은 시험 연구의 단계를 지나서 실용화에 이르렀다. 광섬유 통신에서 광섬유에 요구되는 가장 중요한 특성은 광특성이지만 실제로 가설하여 이용하는 데는 광섬유의 기계적 특성도 매우 중요하다.

좋은 광특성을 가진 광섬유라 하더라도 기계적 특성이 부합되지 못하고, cabling 공정과 포설할 때 받는 tension, torsion, bend 등의 크고 작은 stress에 견디지 못하여 손상을 입게 된다던 사용될 수가 없기 때문이다. 또한 광섬유는 한번 포설 하면 적어도 50년 이상 사용해야 하고, 가공(架空)이나 관로(官路)에서 기후적인 악조건과 상당한 부하가 걸린 상태로 장기간 관

리되어야 하므로 이에 따른 정피로 (static fatigue)^{1,2)}에 의한 강도의 감소에도 충분히 대처할 수 있도록 제작되어야 한다.

광섬유는 재질이 유리로 되어있다는 특수성 때문에 공기중에 노출되었을 때 주로 공기중에 포함된 수분에 의해 표면에 flaw가 생기고³⁾, 이것이 성장하여 내부로 전달되면서 crack으로 자리서 기계적 강도가 급격히 저하된다⁴⁾. 화학 결합력으로 계산한 석영 유리와 강철의 이론적 강도가 값이 거의 비슷하면서도⁵⁾ 실제 사용강도는 유리쪽이 훨씬 뒤떨어지는데 그 이유가 바로 이 때문이다.

광섬유의 인장강도에 영향을 미치는 요인은 광섬유 제조의 전공정에 적용되나, 그 중에서도 특히 drawing

공경에 크게 좌우된다.

본 연구의 목적은 drawing condition에 따라 광섬유의 인장강도가 어떠한 영향을 받는가를 검토하여 가장 적절한 drawing 조건을 찾는 데 있다.

2. 실험 방법

2-1 광섬유 제조

본 연구에 사용한 광섬유는 Modified Chemical Vapor Deposition (MCVD) 방법으로^{6,7)} 제조한 preform(뿔뿔한 광섬유가 될수 있도록 만든 유리봉)을 전기로로 가열하여 섬유로 뽑아 사용하였다. MCVD 과정에서는 고순도 (99.9%) 석영관을 사용하여 내부에서 SiCl₄(순도 99.9999%)와 O₂(순도 99.99%)를 반응시켜 SiO₂가 생성되도록 하고, 외부에서 관을 고온 (1,800°C)으로 가열하여, 생성된 인자를 관의 내벽에 증착 용융시키고 2,000°C에서 collapse하여 preform을 제조했다. 이때 barrier 층과 core 층의 굴절률 조절을 위해서 고순도 (99.9999%)의 GeCl₄, POCl₃, BCl₃ 등을 dopant로 사용하였다.

광섬유를 뽑는 과정은 Fig. 1에서 보인 바와 같으며, drawing 장치 중에서 가장 중요한 부분이 furnace이다. 용융 석영유리를 녹여 섬유로 뽑는 때는 2,000°C 이상의 고온이 요구되는데, 이 온도를 얻기 위한 전기로의 발열체로는 층 분순물 함량이 200ppm 미만인 고순도 graphite를 가공하여 사용하였다.

Furnace의 온도는 optical radiation pyrometer를 사용하여 측정하고 자동 조절하였으며, 발열체의 산화를 방지하기 위해 furnace 내부에 주입시키는 불활성 기체(Ar)는 2 단계로 경계하여, 포함된 산소함량을 10⁻⁶ ppm 이하로 줄여서 사용하였다. Furnace에서 뽑혀 내려온 섬유는 수지로 즉시 피복시킴으로써 섬유 표면을 공기와의 접촉으로부터 차단시켜 강도를 보존하도록 하였고 silicone coating resin이 curing furnace를 통과하면서 경화되므로 난 후 drum에 감겨진다.

2-2 인장강도 측정

여러가지 조건에서 뽑은 광섬유의 인장강도는 상온의 실험실 분위기 (18°C, 70% r. h.)에서 dynamic test⁸⁾ 방법으로 측정하였다. 측정에 사용한 광섬유는 한 조건에서 뽑은 섬유로부터 30개씩의 견본을 random으로 택하였다. 견본의 gauge length는 1 m로 하였고 stressing rate는 0.3GPa/sec로 통일하여 자체 제작한 측정장치로 측정하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

3-1 Preform 처리가 강도에 미치는 영향

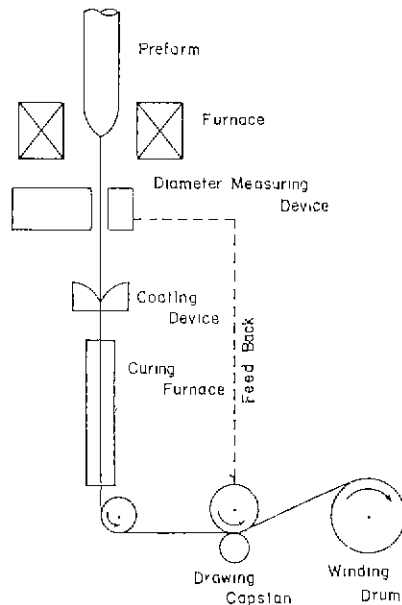


Fig. 1. Optical fiber drawing system.

MCVD 방법으로 제조한 preform을 즉시 drawing하지 않고 공기중에 방치해 두면 공기중의 수분에 의해 침식을 받고, 먼지나 기타 불순물 등에 오염되어 표면에 flaw가 생긴다. Preform 표면에 생성된 flaw는 섬유로 뽑히지 않고 난 후에도 섬유표면에 남아서 강도에 영향을 준다고 알려져 있는데¹¹⁾, 그것은 preform이 furnace 내부의 짧은 발열부분 (hot zone, 약 1/2인치)을 통과해 내려오는 동안 연화(軟化)되어 섬유로 뽑히지므로 flaw가 완전히 제거될 정도로 충분히 용융 상태가 되지 못하기 때문이다.

본 실험에서는 preform을 고온으로 가열하여 표면을 용융시켜 flaw를 제거하고 그 효과를 비교하였다. Fig. 2는 MCVD 방법으로 제조한 preform을 24시간 경과후 오염된 상태 그대로 drawing한 경우와 1,800°C의 산수소 불꽃으로 5회 반복해서 고온 가열연마(fire polishing)하고 뽑은 경우의 인장강도 차이를 Weibull plot¹²⁾로 비교하여 보여주고 있다.

Weibull distribution function은 다음식으로 주어진다.

$$F = 1 - \exp \{-L(S/S_0)^m\} \quad (1)$$

여기서 S는 strength이고, F는 stress S에서 시료가 파괴될 확률이다. 또 L은 시도의 gage length이며, S₀와 m은 상수이다. m은 shape parameter라고 하며, ln S에 대해서 ln ln (1-F)⁻¹의 data를 plot했을 때 분포 직선의 기울기와 같고 data의 분포폭을 알

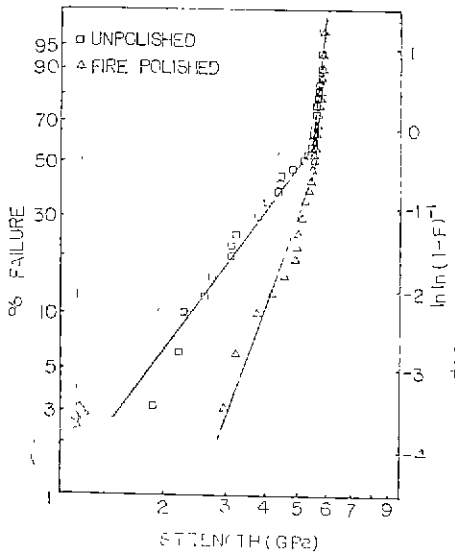


Fig. 2. Effect of fire polishing on tensile strength

수 있는 척도이다.

시료에 flaw가 전체적으로 그 크기별로 균일하게 분포되어 있다면 Weibull distribution은 단일 직선을 이루게 된다. 그러나 이 그림에서는 fire polishing하기 전과 후에 다같이 단일 직선을 이루지 못하고 있는데, 이것은 furnace를 사용해서 drawing할 경우에 흔히 나타날수 있는 현상으로서⁵⁾, drawing하는 도중에 furnace 내부에서 발생하는 오염물질에 의해 critical flaw가 random으로 생성되기 때문이다.

분포가 단일 직선을 이루고 있지는 않으나 fire polishing하기 전에 m이 3과 21이었는데 반해 polishing 후에는 5와 28로 증가되어 분포폭이 좁아진 것을 볼 수 있고, 중간강도 (50%-failure) 이하에서는 약 1 GPa 이상의 강도증가가 있음을 알수 있다.

이것은 fire polishing 과정에서 preform 표면에 있던 flaw가 응용되어 대부분 제거 되었거나, 남아 있다고 해도 tip radius가 커져서 강도의 감소에 크게 작용하지 못하기 때문인 것으로 판단된다. 한편 fire polishing후에도 중간강도 이상에서는 polishing 전과 변화가 거의 없고 3~4 GPa의 낮은 강도영역이 있는것은 앞에서 언급한 바와같이 drawing하는 도중에 furnace 내부에서 발생된 dust에 의해 새로 생긴 flaw에 의한 영향으로 보여진다.

3-2 Furnace 내부 분위기에 의한 영향

광섬유를 뽑을 때 furnace 내부에서는 여러가지 원인으로 오염물질이 발생하고 이것들이 preform과 fiber

를 오염시킨다. Furnace 내부에서 발생하는 오염물질 중에 관찰할 수 있는 것으로는 고온에 의해 heating element인 graphite의 일부가 분해되어 생성되는 흑색의 particle과, Ar 기체중에 불순물로 포함된 소량의 산소나 수분에 의해 graphite가 산화되면서 생성되는 회색의 ash, graphite 중의 유황불순물에 의해 생성되는 갈색 ash, 그리고 preform의 주성분인 SiO₂와 graphite (C)가 고온에서 증발하고 반응하여 생성되는 녹색의 SiC 결정 등이었다.

이러한 오염물질들은 Ar 가스의 흐름을 따라 대부분이 밖으로 빠져나가는데 일부는 fiber와 preform을 오염시키고 fiber 표면에 flaw를 생성시킨다.

Graphite furnace에서 이렇게 dust가 생성되는 이유는 furnace 내부가 고온 (2,000°C 이상) 인데다가, 발열체가 산화성이 강한 물질이며, 불활성 기체의 경계에 한계가 있기 때문이다. 따라서 dust의 생성을 완전히 배제하기는 어려운 일이며, 다만 furnace 내부에서 기체의 flow pattern을 변화 시켜 pattern에 따라 fiber의 인장강도에 미치는 영향을 검토하였다.

Fig. 3은 furnace의 구조를 보여주는 그림으로 이 furnace 내부를 Ar gas가 화살표 방향으로 흐르고 있다. 그림에서 보는바와 같이 gas는 furnace의 밑부분, 중간부분, 윗부분의 세 부분으로 나뉘어 유입되는데, 총 유입량을 일정하게 하고 밑부분으로 흘러주는 양과 윗부분으로 흘러주는 양을 상대적으로 조절하여 flow pattern을 변화 시킬수가 있었으며, 이 pattern에 따라 강도에 현저한 차이가 있음을 알수 있었다.

Fig. 4와 Fig. 5에서 그 결과를 볼 수 있는데, 똑 같은 양의 dust가 발생되고 있어도 gas의 전체적인 흐름 방향에 따라 fiber에 미치는 영향이 다른 것을 알수 있었다. 대부분의 dust는 furnace 중간부분인 hot zone에서 발생하여 Ar gas에 의하여 운반된다. F(=bottom flow rate/top flow rate)의 값이 작으면 (F<1) dust는 강한 top flow에 의해 밀려 내려와 furnace 아래쪽으로 흘러서 밖으로 나가게 되며 이때 함께 뿜혀 내려오는 섬유 표면이 오염시킬 가능성이 커진다. 그러나 F의 값이 크면 (F>1) dust는 대부분이 bottom flow에 의해 furnace 상부로 흘러나가고 아랫쪽으로는 dust의 함량이 적은 bottom flow의 일부가 fiber와 함께 유출되므로 fiber의 오염도가 적다.

물론 이 경우에는 아직 hot zone에 도달하지 않은 preform을 오염시킬 수가 있으나 오염된 부분이 hot zone에 도달하면 dust가 제증발하거나 melt되어 큰 영향을 미치지 않는 것으로 보여진다. 이렇게 볼때 F의 값이 작을 경우보다 클 경우에 fiber 표면이 dust에

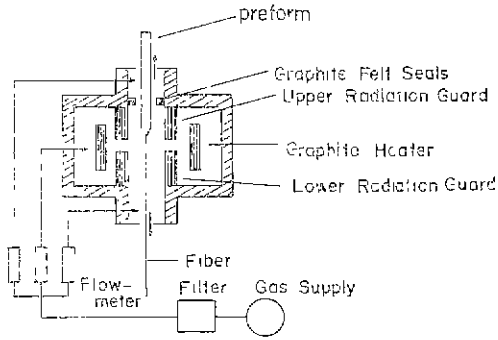


Fig. 3. Schematic diagram of drawing furnace

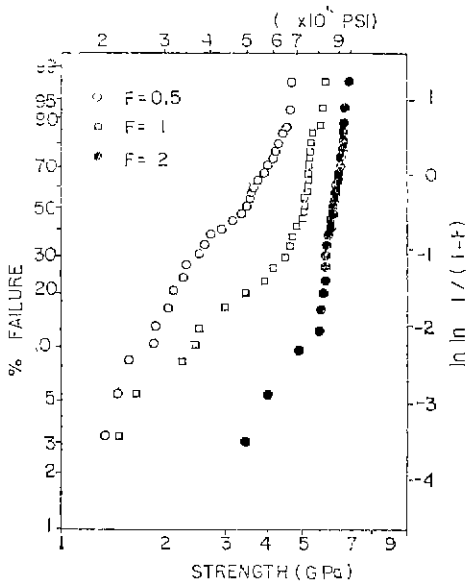


Fig. 4. Effect of gas flow ratio on tensile strength

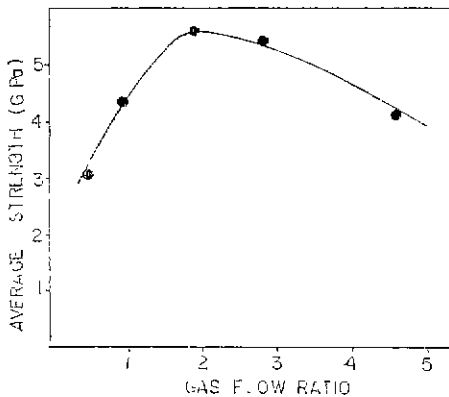


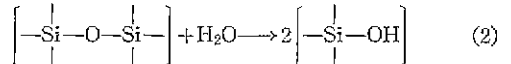
Fig. 5. Strength for different gas-flow-ratio

의해 오염될 가능성이 작아서 강도가 향상될 것으로 예상되는데 이것은 Fig. 4의 결과와 일치한다.

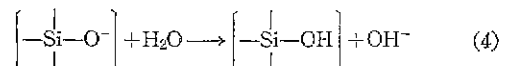
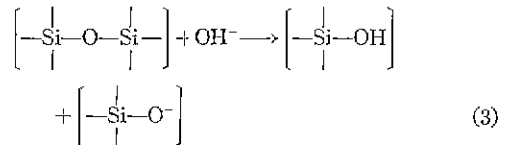
그러나 Fig. 5에서 보던 F가 2 이상일 때는 F값이 증가함에 따라 강도가 점점 감소하는 것을 볼수 있는데, 그것은 top flow를 bottom flow에 비해 너무 적게 흘려 주었을 때 공기보다 무거운 Ar 기체의 대부분이 furnace 하부로 유출되면서 상부로부터 소량의 공기가 유입되어 완전한 inert 분위기를 유지하지 못하여 furnace 내부에서 dust의 생성량이 증가하기 때문인 것으로 생각된다.

3-3 Primary Coating의 영향

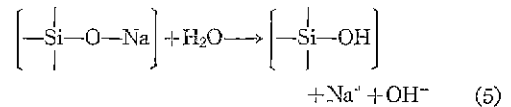
Primary coating 이 광섬유의 강도 특성에 미치는 영향은 매우 중요하다. 그것은 유리의 강도가 주로 표면의 결함 (surface flaw)에 의해 결정되고, 표면결함의 생성은 primary coating 조건에 따라 크게 달라지기 때문이다. 유리에서 flaw가 생기는 가장 큰 원인은 공기 중의 수분에 기인된다고 알려져 있는데, Charles²²에 의하면 이것은 다음과 같은 반응으로 설명된다.



식 (2)는 광섬유의 주성분인 석영유리에서 강하게 결합되고 있는 Si-O의 결합이 수분에 의해 끊어지는 반응을 보여주는 식이다. 그러나 실제로 이 반응은 OH⁻가 있을때 다음과 같이 2단계 반응을 거쳐 일어나며 OH⁻ 이온이 없을 때는 매우 느리게 진행된다.



그런데 (3)식의 반응에 필요한 OH⁻ 이온은 알카리 유리에서 다음과 같은 가수분해 반응에 의해 주로 생성된다.



(5)식은 알카리 유리에 대한 반응식이지만, 광섬유 제조에 사용되는 고순도 석영유리도 어느 정도의 알카리 불순물과 OH⁻를 포함하고 있으며(약 130ppm), OH⁻가 없는 상태에서도 느리기는 하지만 (2)식의 반응이 일어나기 때문에 표면이 순수한 silica glass인 광섬유라도 수분의 영향을 크게 받는다.

따라서 수분의 침투를 차단하기 위한 primary coating

은 광섬유에서 이러한 surface corrosion¹⁵⁾을 방지하고 강도를 보존해주기 위해 반드시 행해져야 하는 중요한 과정이다. Primary coating 에서는 피복 재료의 선택과 피복두께, 피복방법, curing 조건등이 중요한데, 수분 침투율이 적고, 유리와의 접착력이 좋으며, 굳고난 후에 유리에 microbending 을 유발하지 않는 재료로 충분히 두껍게 입혀주어야 한다. 피복 두께가 중요시되는 이유는 섬유외의 표면은 기계적인 충격으로부터 충분히 보호하고, 수분이 침투해 들어오는 것을 방지하기 위함이다, 피복재료에 따라 다르지만 silicone resin 을 피복재료로 사용한 본 연구에서는 40 μ m 이상의 두께로 피복해 주어야함을 알수 있었다(Fig. 6 참조).

Silicone resin 에 따라서는 섬유에 피복하였을 때 유리와의 접착력이 좋은 것이 있는 반면, 접착력이 없는 것도 있다. 접착력이 좋다는 것은 resin 이 유리와 반응하여 유리(섬유) 표면에서 구조적으로 결합하기 때문이라고 추측되며, 기계적인 측면에서만 본다면 이러한 특성을 가진 재료가 바람직하지만. 광섬유를 실제 사용할 때는 피복 층을 쉽게 제거시킨 필요성이 있기 때문에 접착력이 없는 것이 요구될 수도 있다. 이것은 주로 섬유를 응착 접속시킬 경우로, 접속 시킬 부분에 피복된 resin 을 깨끗이 제거해야 되기 때문이다.

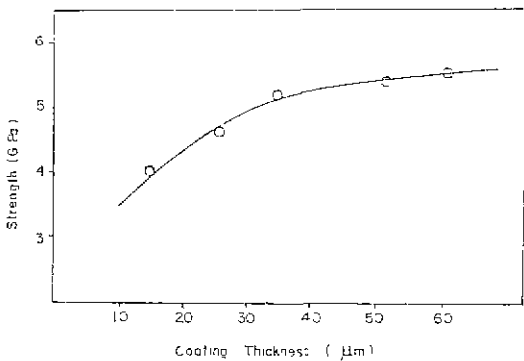


Fig. 6. Strengths for different coating thickness

이렇듯이 제거 시키기가 용이하면서도 기계적 표면 보호성이 우수한 coating 을 하기 위해서 2층으로 피복하는 방법을 시험해 본 결과 좋은 결과를 얻을수 있었다. 유리와 화학적으로 결합하지 않아 접착력은 없으나 탄력성이 좋은 재료를 1차로 피복하고, 그 위에 바로 단단하면서도 접착력이 큰 resin을 한번 더 피복시켰다.

이렇게 함으로서 유리와 resin 의 열팽창의 차이에서 오는 stress 를 soft 한 1차 피복 층에 흡수시켜 광섬유의 microbending 이 적고, 피복층의 제거가 용이한 동시에 표면 보호성을 좋게 할수 있었다. Fig. 7에서 한 가지 수치만으로 피복했을 경우와 두가지를 사용해서 2층으로 피복했을 경우의 강도 특성을 볼수 있는데, 2층 coating 의 경우에 강도 특성이 훨씬 좋은 것은 coating 이 2층이고 두꺼워서 수분의 침투가 어렵고 표면층을 단단한 resin 으로 피복했기 때문에 기계적으로 잘 보호해 주기 때문이라고 생각된다.

Silicone resin 은 경화제를 첨가했을 때 경화제의 반응하여 경화되는데 경화 시간은 온도에 따라 크게 변화하고 curing 온도에 따라 강도 특성도 달라지는 것을 볼 수 있었다.

Fig. 8에서 보면 300~400°C에서 4초 동안에 경화시킨 경우의 평균강도가 가장 높은 것을 볼수 있다. 이것은 경화 온도에 따라, 경화된 silicone polymer 의 형태가 바뀌어 수분 침투율, 기계적 성질등이 달라지기 때문인 것으로 생각된다.

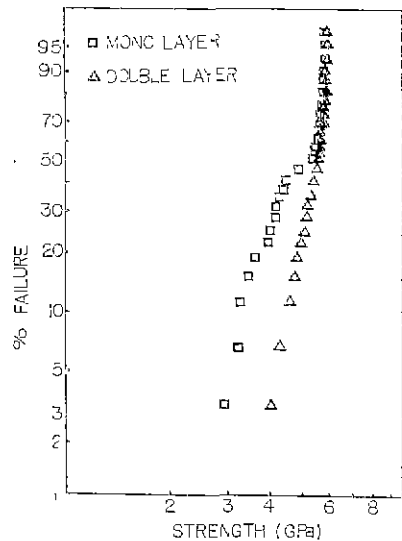


Fig. 7. Weibull plots for mono layer and double layer coated fiber.

3-4 Drawing 온도, 속도 및 tension 에 의한 영향

Drawing 온도 및 속도는 drawing tension 을 결정하는 요소가 되고, tension 은 광섬유의 강도에 큰 영향을 미친다고 알려져 있다¹⁶⁾. Drawing tension 이 강도와 관계가 있는 것은 유리 내부에 잔류응력을 남기기 때문이라고 추측되나 그 정확한 이유는 아직 밝혀지고

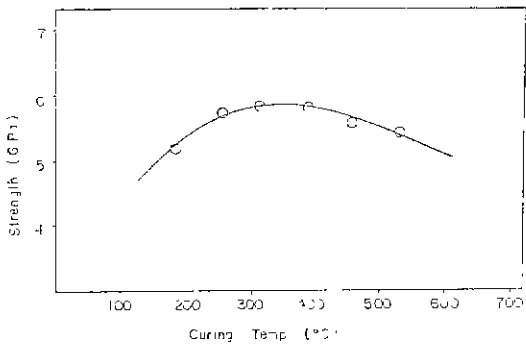


Fig. 8. Effect of curing temperature on tensile strength

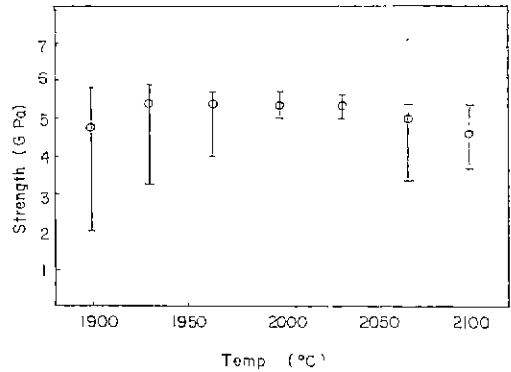


Fig. 9. Strength distribution for different drawing temperature.

있지 않다¹³⁾.

Fig. 9는 drawing 온도와 강도와의 관계를 보여주는 그림이다. 평균 강도는 크게 변화하지 않으나 강도의 분포폭은 온도에 따라 크게 차이가 있음을 볼수 있다. 온도가 낮을수록 평균강도가 감소하고 분포폭이 넓어지는 것은 tension이 커지기 때문이라고 판단된다. 일반적으로 drawing 온도를 높이면 tension이 작아져서 강도특성이 좋다고 알려져 있으나 온도가 2,050°C 이상일 때는 오히려 특성이 나빠지는 현상을 볼수 있었는데, 그 이유는 furnace 내부의 온도가 높아 질수록 heating element의 손상이 크고 dust가 많이 발생되어 fiber를 오염시키기 때문이다.

Drawing 속도와 tension과의 관계는 속도가 클수록 tension도 증가하기 때문에 drawing speed가 클수록 인장강도는 작아지게 된다. 이것은 Fig. 10에서 보인 실험결과와 같은데 속도가 30m/min. 이상이 되면서부터 강도가 감소하는 것을 볼수 있다. 이 실험은 furnace의 온도를 2,050°C로 고정했을 경우이기 때문에 온도를 높이면 더 빠른 속도로도 같은 tension을 유지할수 있으나 앞에서 설명했듯이 온도를 2,050°C 이상으로 증가시키면 dust에 의한 영향이 커지기 때문에 furnace를 사용한 drawing에서는 30m/min.의 drawing speed가 최적치임을 알수 있었다.

4. 결 론

광섬유의 기계적 특성은 drawing 조건에 크게 의존하고 있었으며 적절한 drawing 조건하에서는 그 특성을 크게 향상시킬 수가 있었다. 실험으로 찾은 최적의 drawing 조건은 아래와 같다.

1) MCVD 방법으로 preform을 제조하고 즉시 draw-

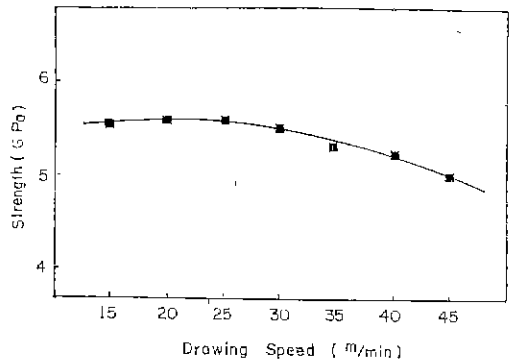


Fig. 10. Effect of drawing speed on tensile strength.

ing하지 못할 경우에는 drawing하기 직전에 1800°C의 oxy-hydrogen flame으로 5회 이상 fire polishing하여야 한다.

- 2) Furnace에 주입시키는 Ar 가스는 총 8 LPM이었으며, flow pattern은 F=2 일때가 가장 좋았다.
- 3) Coating 두께는 40μm 이상이어야 하고 특성이 다른 두가지 resin으로 2중 coating 함으로서 광특성 및 기계적 특성을 향상시킬수 있었다.
- 4) Coating resin의 curing 조건은 300~400°C에서 4초간이 가장 적합했다.
- 5) Drawing 온도와 속도는 2,050°C에서 30m/min.로 뽑을 때 coating 상태와 기계적 특성이 가장 좋았다.

References

- 1) R. H. Doremus, "Static fatigue in brittle solids,"

- J. Appl. Phys.*, **47**(2), 540 (1976)
- 2) R. J. Charles, "Static fatigue of glass-I", *J. Appl. Phys.*, **29**(11), 1549 (1958)
 - 3) S. M. Wiederhorn, "Influence of water-vapor on crack propagation in soda-lime glass", *J. Amer. Ceram. Soc.*, **50**(8), 407 (1967)
 - 4) L. L. Blyer, S. Matsuoka, "Polymer protection for glass fibers", Bell Lab. Record, p.315, Dec. (1979)
 - 5) T. T. Wang, H. M. Zupko, "Long-term mechanical behavior of optical fibers coated with a UV curable epoxy acrylate," *J. Mat'l Sci.*, **13**, 2241 (1978)
 - 6) G. W. Taskerand, W. G. French, "Low-loss waveguides with pure fused silica cores", *Proc. IEEE*, **62**(9), 1281-1282 (1974)
 - 7) W. G. French, "Low loss optical fibers with pure SiO₂ cores produced by chemical vapor deposition", Paper 6-46, Procc. X Int. Congress on Glass, Japan (1974)
 - 8) D. G. Holloway, "Physical properties of glass," Chap. 6, Wykeham Pub., London (1973)
 - 9) M. K. R. Vyans, M. M. Ramsay, "Mechanical performance of optical fibers". p.224. 4th European Conf. on Optical Communications, Genoa, 1978
 - 10) R. J. Charles, "Dynamic fatigue of glass," *J. Appl. Phys.*, **29**(12), 1657 (1958)
 - 11) T. Kobayashi, H. Osanai, M. Sato, H. Takeda, "Tensile strength of optical fiber by furnace drawing method", Paper B9-4, IOOC '77, Tokyo, Japan.
 - 12) W. Weibull, "A statistical distribution function of wide applicability,, *J. Appl. Mech.*, **18**, 293 (1951)
 - 13) M. Sato, O. Fukuda, "Double layer silicone coating with double cone nozzle in-line optical fiber drawing", Paper 5-5, Optical Communication Conference, Amsterdam, Neiheilands (1979)
 - 14) R. D. Maurer, "Effect of dust on glass fiber strength,, *Appl. Phys. Lett.*, **30**(2), 82 (1977)
 - 15) J. E. Midwinter, "Optical fibers for transmission", Chap. 12, John Wiley and Sons, N. Y. (1979)
 - 16) H. Schonhorn, H. N. Vazirani, H. L. Frish, "Relationship between fiber tension and drawing velocity", *J Appl. Phys.*, **49**(7) · 3703 (1978)