

**HYBRID CLADDING TO ENHANCE LIGHT INTENSITY FOR PLASTIC
OPTICAL FIBER**

Supaporn Paiboon

A Dissertation Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements
for the Degree of Master of Science
The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University
in Academic Partnership with
The University of Michigan, The University of Oklahoma,
Case Western Reserve University

2011


I 28374770

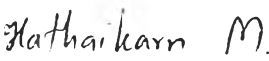
Thesis Title: Hybrid Cladding to Enhance Light Intensity for Plastic Optical Fiber
By: Supaporn Paiboon
Program: Polymer Science
Thesis Advisor : Assoc. Prof. Rathanawan Magaraphan

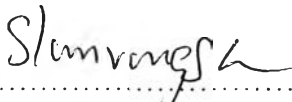
Accepted by the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, in partial fulfilment of the requirements for the Degree of Master of Science.


..... College Dean
(Asst. Prof. Pomthong Malakul)

Thesis Committee:


.....
(Assoc. Prof. Rathanawan Magaraphan)


.....
(Asst. Prof. Hathaikarn Manuspiya)


.....
(Dr. Sarawut Lunvongsa)

ABSTRACT

5272027063: Polymer Science Program

Supaporn Paiboon: Hybrid Cladding to Enhance Light Intensity for Plastic Optical Fiber

Thesis Advisor: Assoc. Prof. Rathanawan Magaraphan 92pp

Keywords: Plastic optical fiber/ Polycarbonate/ Poly(arylene silyl ether)s

Plastic optical fiber (POF) has been used extensively in short-distance data communications applications. POF consists of a plastic core and plastic cladding. Fluoropolymer, polysiloxane and PMMA are usually used as a cladding material. This work, poly(arylene silyl ether)s (PASE) are synthesized. Hydroxyl-terminated monomers, cross-linkable BHPFS and 4,4'-(hexafluoroiso-propylidene) diphenol (6F-BPA), were polymerized using diphenyldichlorosilane as a coupling agent. Poly(arylene silyl ether)s which have $M_w = 37,443$ with $M_n/M_w = 1.69$ are achieved by using Et_3N and dimethylamino pyridine (DMAP) co-catalyst. The 10, 20 and 25 wt% PASE/PMMA blend were used as claddings. PC core are coated with cladding materials and then both of them concurrently extruded through the co-extrusion die. The obtained fibers exhibit brittleness. The fibers diameters at free falling are in the range of 1.1-1.4 mm. Diameters of fibers at 1.179 draw ratio are in the range of 0.83-0.98 mm. The attenuation depends on cladding thickness and shape uniformity. The numerical aperture of all fibers is not difference that is about 0.8. The maximum operating temperature of fibers is higher than 100 °C.

บทคัดย่อ

สุภาพร ไพบูลย์ : การสังเคราะห์ส่วนห่อหุ้มของเส้นใยแก้วนำแสง เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการเป็นตัวนำสัญญาณแสง (Hybrid Cladding to Enhance Light Intensity for Plastic Optical Fiber) อ. ที่ปรึกษา : รศ. ดร. รัตนวรรณ มกรพันธุ์

เส้นใยนำแสง เป็นตัวกลางของสัญญาณแสงชนิดหนึ่งที่สามารถนำสัญญาณแสงจากจุดหนึ่งไปยังอีกจุดหนึ่งได้ ในปัจจุบันได้มีการพัฒนาเส้นใยนำแสง ที่ทำมาจากพลาสติกเพื่อใช้ในระบบการสื่อสารในรูปแบบต่างๆ เช่น การสื่อสารในระยะทางสั้น ๆ ในการเชื่อมโยงเครือข่ายคอมพิวเตอร์ ภายในอาคารและยานพาหนะ หรืออาจใช้เพื่อการตกแต่ง ส่วนประกอบของใยแก้วนำแสงประกอบด้วยส่วนสำคัญคือ ส่วนที่เป็นแกน (Core) และส่วนห่อหุ้ม (Cladding) พอลิคาร์บอเนตเป็นพลาสติกที่ถูกนำมาใช้เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติในการทนทานต่อการใช้งานที่อุณหภูมิ แต่เนื่องจากเส้นใยแก้วที่ทำจากพลาสติกยังคงมีประสิทธิภาพในการรักษาสัญญาณที่ต่ำ งานวิจัยนี้จึงได้มีการศึกษาเพื่อพัฒนาส่วนห่อหุ้มให้มีค่าดัชนีหักเหแตกต่างจากพอลิคาร์บอเนต น้อยที่สุด เพื่อลดปริมาณการสูญเสียของสัญญาณแสง โดยการสังเคราะห์พอลิอัลลิลีนไซริลอีเทอร์ จากนั้นนำมาผสมกับพอลิเมทิลเมทาคริลเลตเพื่อใช้เป็นส่วนห่อหุ้ม และทำการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดรีดแบบควบคู่ (co-extrusion) แล้วศึกษาสมบัติเชิงกล และสมบัติทางแสงของเส้นใยแก้วนำแสง จากผลการทดลองพบว่าเส้นใยที่ได้มีความเปราะ เส้นใยที่ไม่ได้ผ่านการดึงมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางในช่วง 1.1-1.4 มิลลิเมตร ส่วนเส้นใยที่ผ่านการดึงด้วยอัตราการดึงเท่ากับ 1.179 มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางในช่วง 0.83-0.98 มิลลิเมตร เส้นใยทั้งหมดมีค่าการลดทอนสัญญาณ (attenuation) แตกต่างกันขึ้นอยู่กับคุณภาพในการขึ้นรูปของเส้นใย แต่ค่าความสามารถในการรับแสง (numerical aperture) มีความใกล้เคียงกัน และเส้นใยที่ได้จากงานวิจัยนี้สามารถนำไปใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูงมากกว่า 100 องศาเซลเซียส

ACKNOWLEDGEMENTS

First of all I would like to thank PTT Phenol Company Limited for supporting the thesis work.

I would like to sincerely thank Assoc. Prof. Rathanawan Magaraphan served as my thesis advisors and Dr. Sarawut Lunvongsa, for their patient guidance, throughout the course of this research. I also would like to thank all of my teachers at the Petroleum and Petrochemical College.

I would like to thank all staff of the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University for their assistance. I am grateful for the scholarship and funding of the thesis work provided by the Petroleum and Petrochemical College, and by the National Center of Excellence for Petroleum, Petrochemicals and Advanced Materials, Thailand.

Finally, I would like to thank my family for their love, spirit and understanding during my studies and research work.

TABLE OF CONTENTS

	PAGE
Title Page	i
Abstract (in English)	iii
Abstract (in Thai)	iv
Acknowledgements	v
Table of Contents	vi
List of Tables	ix
List of Figures	x
Abbreviations	xvi
 CHAPTER	
I INTRODUCTION	1
II LITERATURE REVIEW	5
III EXPERIMENTAL	19
3.1 Materials	19
3.1.1 Chemical Reagents	19
3.1.2 Solvents	19
3.1.3 Plastic Pellet	20
3.1.4 Other Chemicals	20
3.2 Equipment	20
3.2.1 Characterization Instrument	20
3.3 Methodology	21
3.3.1 Preparation of Cladding Materials	21
3.3.2 Characterization of Cladding Materials	24
3.3.3 Co-extrusion Optical Fiber	25
3.3.4 Characterization of Optical Fiber	28

CHAPTER	PAGE
IV SYNTHESIS OF POLY(ARYLENE SILYL ETHER)	30
4.1 Abstract	30
4.2 Introduction	30
4.3 Experiment	31
4.4 Results and Discussion	33
4.4.1 Synthesis and Structural Characterization	33
4.4.2 Thermal Characterizations	40
4.5 Conclusions	42
4.6 Acknowledgements	42
4.7 References	43
V CO-EXTRUSION OF OPTICAL FIBERS	45
5.1 Abstract	45
5.2 Introduction	45
5.3 Experiment	46
5.4 Results and Discussion	47
5.4.1 PASE/PMMA blend	47
5.4.2 Co-extrusion of Fiber	50
5.4.3 Fiber's morphology	54
5.4.4 Mechanical Properties of Fibers	61
5.5 Conclusions	65
5.6 Acknowledgements	65
5.7 References	66
VI OPTICAL STUDY	67
6.1 Abstract	67
6.2 Introduction	67

CHAPTER	PAGE
6.3 Experiment	68
6.4 Results and Discussion	69
6.4.1 Attenuation	69
6.4.2 Numerical Aperture (NA)	71
6.4.3 Bending Loss	72
6.4.4 Maximum Operating Temperature	72
6.5 Conclusions	74
6.6 Acknowledgements	75
6.7 References	75
VII CONCLUSIONS AND RECOMMENDATIONS	76
7.1 Conclusions	76
7.2 Recommendations	77
REFERENCES	75
APPENDICES	81
Appendix A Co-extrusion Die Model	81
Appendix B Molecular Weight's synthesized PASE	81
Appendix C Raw Data of Capillary Rheometer	82
Appendix D Raw Data of Attenuation Experiment	84
Appendix E Raw Data of Numerical Aperture Experiment	88
CURRICULUM VITAE	92

LIST OF TABLES

TABLE	PAGE
2.1 Historical Evolution of the Most Important Landmarks Related to POF during the Past 30 Years	6
4.1 Molecular weight of synthesized PASE (The raw data is in the appendix B.)	38
4.2 The glass transition temperature of PASE	40
5.1 Summary of the thermal properties of PMMA, PC and PASE	47
5.2 The shear stress and pressure drop of PC processing.	51
5.3 Diameter of PC fiber at various draw ratio	53
5.4 Diameter of fiber, core and thickness of cladding	56
5.5 Summary of fiber mechanical properties	63
6.1 Summary of numerical aperture and attenuation of fibers	70
6.2 Summary of bending loss of the fibers	72
6.3 The operating temperature of the fibers	73
B1 Molecular weight of synthesized PASE	81
C1 Shear rate and viscosity of PC in different temperature	82
C2 Shear rate and viscosity of PMMA in different temperature	82
C3 Shear rate and viscosity of PASE/PMMA at 225 ° C	83
D1 Data and calculation of attenuation experiment of different cladding-type fibers	84
E1 Data and calculation of numerical aperture experiment of different cladding-type fibers	88

LIST OF FIGURES

FIGURE	PAGE
2.1 Structure of a POF.	8
2.2 Schematic representation of light transmission through SI and GI POFs.	9
2.3 The reflection of light through the difference medium.	10
2.4 Numerical Aperture-acceptance.	11
2.5 Chemical structure of polycarbonate made from bisphenol A.	12
2.6 Poly (methyl methacrylate) (PMMA).	13
2.7 The synthesis of HPAEK and HPAES.	14
2.8 The reaction of CPS and PGE to produced silyl ether.	16
2.9 The reaction of PDCP and PGE to produced silyl ether.	16
3.1 Synthesis of Cross-Linkable bisphenol (BHPFS).	21
3.2 Synthesis of poly(arylene silyl ether) (PASE).	22
3.3 (a) Front view, (b) side view of co-extruder and (c) rotor.	25
3.4 The picture of a) TEK Oscilloscope, and b) light detector.	26
3.5 Attenuation experimental set-up.	27
3.6 Numerical aperture experimental set-up.	28
3.7 Bending loss experimental set-up.	28
3.8 Maximum operating temperature experimental set-up.	29
4.1 Pictures of BHPFS.	34
4.2 FT-IR spectrum of BHPFS structure.	34
4.3 ¹ H-NMR spectrum of BHPFS.	34
4.4 ¹ H-NMR spectrum of ion pair between 6F-BPA and tetrabutylammonium.	35
4.5 FT-IR spectra of PASE which achieved by Et ₃ N and DMAP. catalysts and monomers	37
4.6 FT-IR spectra of PASE which achieved from different conditions	37

FIGURE	PAGE
4.7 ¹ H-NMR spectrum of PASE which achieved by Et ₃ N and DMAP catalysts.	38
4.8 ¹³ C-NMR spectrum of PASE which achieved by Et ₃ N and DMAP catalysts.	38
4.9 GPC distribution curve of PASE 3.	39
4.10 Pictures of PASE 3.	40
4.11 The DSC thermogram shows T _g of PASE.	41
4.12 The TGA thermogram shows T _d of PASE 3.	41
4.13 The DSC thermogram shows curing temperature.	42
5.1 Picture of PASE/PMMA blend a) 10 % PASE/PMMA, b) 20 % PASE/PMMA and c) 25% PASE/PMMA.	46
5.2 SEM images of 10 % PASE/PMMA (a) 100 μm., b) 10 μm.), 20 % PASE/PMMA (c) 50 μm., d) 10 μm.) and 25% PASE/PMMA (e) 50 μm., f) 10 μm.).	47
5.3 DSC thermogram of claddings— PMMA and PASE/PMMA Blends.	48
5.4 TGA thermogram of claddings— PMMA and PASE/PMMA blends.	48
5.5 DSC and TGA thermograms of PC.	49
5.6 Viscosities of PC and PMMA blended at different temperatures by capillary rheometer (Raw data is shown in appendix C).	52
5.7 Viscosities of PMMA and PASE/PMMA at 225 °C.	52
5.8 Diameter of PC fiber at various draw ratios.	53
5.9 Cross-section from optical microscope of PMMA-cladding type fibers in different draw ratio and piston speed ratio.	57
5.10 SEM images of cross-section of PMMA-cladding type fiber.	57
5.11 a) Optical microscope and b) SEM images of cross-section of CaCO ₃ /PMMA-cladding type fiber (200 and 100 μm).	57
5.12 Cross-section from optical microscope of 10% PASE/PMMA-cladding type fibers in different draw ratio and piston speed ratio.	58

FIGURE	PAGE
5.13 Cross-section from optical microscope of 20% PASE/PMMA-cladding type fibers in different draw ratio and piston speed ratio (4x: left picture and 20x: right picture).	58
5.14 Cross-section from optical microscope of 25% PASE/PMMA-cladding type fibers in different draw ratio and piston speed ratio (4x: left picture and 20x: right picture).	59
5.15 SEM images of crossection of 10% PASE/PMMA-cladding type fiber (500 μ m and 100 μ m).	59
5.16 SEM images of crossection of 20% PASE/PMMA-cladding type fiber.	60
5.17 SEM images of crossection of 25% PASE/PMMA-cladding type fiber.	60
5.18 Stress-strain curve of obtained fiber at various draw ratio and piston speed.	61
5.19 Stress-strain curve of PC fiber at free falling.	62
6.1 Optical microscope of fibers at various processing parameter-free falling.	69

ABBREVIATIONS

POF	Polymer optical fiber
PC	Polycarbonate
PMMA	Poly(methyl methacrylate)
PASE	Poly(arylene sililyl ether)s
BHPFS	Cross-linkable bisphenol monomer
DMAc	N,N-Dimethylacetamide
n	Refractive index
N _A	Numerical aperture
dB	Decibel
T _g	Glass transition temperature
T _m	Melting temperature
OM	Optical microscope
NMR	Nuclear magnetic resonance
GPC	Gel permeation chromatography
DSC	Differential scanning calorimeter
V	Voltage
P	Power (watt)
SEM	Scanning electron microscope
TGA	Thermo gravimetric analyzer