



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0038272

(51)^{2020.01} G02B 6/02; C03C 25/326; C03C 25/47; (13) B
C08F 2/46; C08F 2/50; C08G 61/04;
C03C 25/1065; C03C 25/48

(21) 1-2020-06011

(22) 02/04/2019

(86) PCT/JP2019/014681 02/04/2019

(87) WO 2019/194198 A1 10/10/2019

(30) 2018-070649 02/04/2018 JP

(45) 25/01/2024 430

(43) 25/03/2021 396

(73) SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD. (JP)

5-33, Kitahama 4-chome, Chuo-ku, Osaka-shi, Osaka 541-0041 Japan

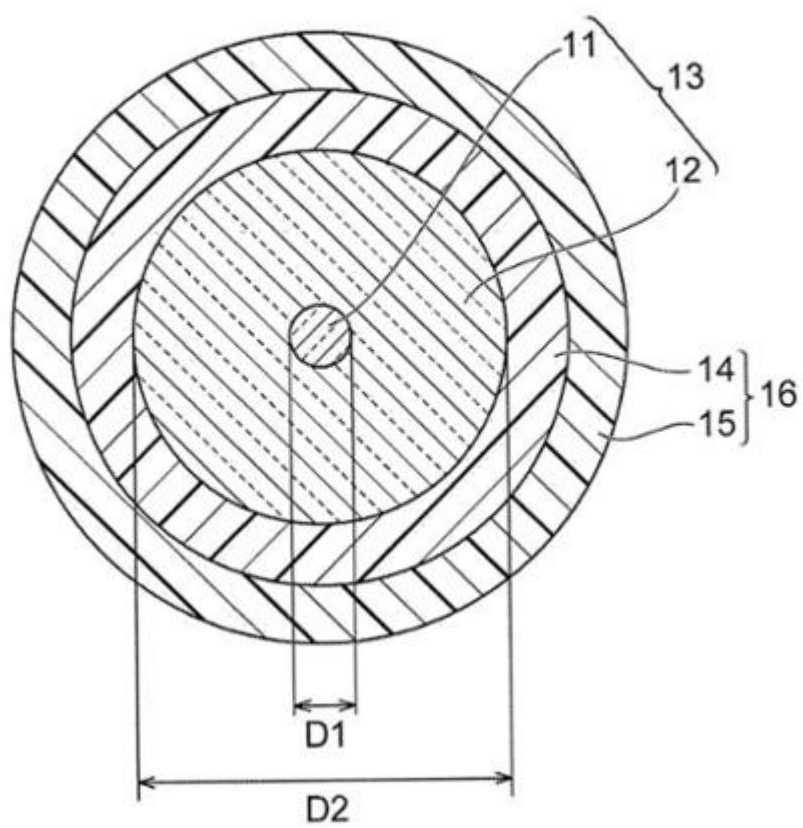
(72) Katsushi HAMAKUBO (JP); Yuya HOMMA (JP).

(74) Công ty TNHH một thành viên Sở hữu trí tuệ VCCI (VCCI-IP CO.,LTD)

(54) HỢP PHẦN NHỰA, VẬT LIỆU PHỦ THỨ CẤP DÙNG CHO SỢI QUANG HỌC
VÀ SỢI QUANG HỌC

(57) Sáng chế đề cập đến hợp phần nhựa bao gồm nhựa nền chứa oligome uretan (met)acrylat, monome có nhóm phenoxy, và chất khơi mào quang trùng hợp và các hạt oxit vô cơ kỵ nước, trong đó độ nhớt bằng hoặc lớn hơn 300 mPa•s và bằng hoặc nhỏ hơn 4200 mPa•s ở 45°C và hàm lượng của monome có nhóm phenoxy bằng hoặc lớn hơn 1% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 30% khối lượng tính theo tổng lượng của nhựa nền. Ngoài ra, sáng chế còn đề cập đến sợi quang học và vật liệu phủ thứ cấp dùng cho sợi quang học.

10



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến hợp phần nhựa, vật liệu phủ thứ cấp dùng cho sợi quang học và sợi quang học.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thông thường, sợi quang học có lớp nhựa phủ để bảo vệ sợi thủy tinh là môi trường truyền quang học. Sợi quang học được đòi hỏi phải có các đặc tính áp lực bên lý tưởng để làm giảm sự tăng tổn thất do truyền dẫn gây ra do vi uốn cong sinh ra khi áp lực bên gây ra cho sợi quang học.

Tài liệu trích dẫn

Tài liệu sáng chế

Tài liệu sáng chế 1: JP 2014-219550A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Hợp phần nhựa theo một phương án của sáng chế bao gồm nhựa nền chứa oligome uretan (met)acrylat, monome có nhóm phenoxy, và chất khơi mào quang trùng hợp, và các hạt oxit vô cơ kỵ nước, trong đó độ nhớt bằng hoặc lớn hơn 300 mPa.s và bằng hoặc nhỏ hơn 4200 mPa.s ở 45°C và hàm lượng của monome có nhóm phenoxy bằng hoặc lớn hơn 1% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 30% khối lượng tính theo tổng lượng của nhựa nền.

Mô tả vắn tắt hình vẽ

Fig.1 là sơ đồ mặt cắt ngang thể hiện ví dụ về sợi quang học theo phương án này.

Mô tả chi tiết sáng chế

Vấn đề cần được giải quyết bởi sáng chế

Hợp phần nhựa chứa chất độn có xu hướng có độ nhớt cao và đặc tính về ứng dụng kém. Mặt khác, khi lượng monome pha loãng được bổ sung tăng lên để điều

chỉnh độ nhớt của hợp phần nhựa, tỷ lệ của oligome giảm, và màng phủ được tạo ra từ hợp phần nhựa có xu hướng trở nên giòn. Ngoài ra, khi lượng của monome pha loãng được bổ sung tăng lên, môđun Young của màng phủ được tạo ra từ hợp phần nhựa tăng hoặc giảm, hoặc độ dày của màng phủ giảm để làm giảm độ bền của lớp nhựa. Do đó, hợp phần nhựa được sử dụng làm lớp nhựa phủ của sợi quang học cần phải đáp ứng cả các đặc tính về ứng dụng lẫn các đặc tính của màng phủ.

Mục đích của sáng chế là đề xuất hợp phần nhựa đạt được cả các đặc tính về ứng dụng lẫn các đặc tính của màng phủ và sợi quang học có lớp nhựa phủ được tạo ra từ hợp phần nhựa.

Hiệu quả của sáng chế

Sáng chế đề xuất hợp phần nhựa đạt được cả các đặc tính về ứng dụng lẫn các đặc tính của màng phủ và sợi quang học có lớp nhựa phủ được tạo ra từ hợp phần nhựa này.

Các phương án của sáng chế

Đầu tiên, các hàm lượng theo phương án của sáng chế sẽ được mô tả bằng cách liệt kê. Hợp phần nhựa theo một phương án của sáng chế bao gồm nhựa nền chứa oligome uretan (met)acrylat, monome có nhóm phenoxy, và chất khơi mào quang trùng hợp, và các hạt oxit vô cơ kỵ nước, trong đó độ nhớt bằng hoặc lớn hơn 300 mPa.s và bằng hoặc nhỏ hơn 4200 mPa.s ở 45°C và hàm lượng của monome có nhóm phenoxy bằng hoặc lớn hơn 1% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 30% khối lượng tính theo tổng lượng của nhựa nền.

Hợp phần nhựa này có thể đạt được cả các đặc tính về ứng dụng lẫn các đặc tính của màng phủ. Ngoài ra, sợi quang học có các đặc tính áp lực bên lý tưởng có thể được tạo ra bằng cách sử dụng hợp phần nhựa trên làm hợp phần nhựa có khả năng lưu hóa bằng tia tử ngoại để phủ lên sợi quang học.

Để điều chỉnh sự cân bằng giữa các đặc tính về ứng dụng và các đặc tính của màng phủ, nhựa nền có thể còn chứa monome không có nhóm phenoxy. Hơn nữa, khi độ nhớt của monome không có nhóm phenoxy bằng hoặc nhỏ hơn 50 mPa.s ở 25°C, các đặc tính về ứng dụng của hợp phần nhựa dễ dàng được cải thiện.

Monome có nhóm phenoxy có thể là ít nhất một monome được chọn từ nhóm bao gồm 2-phenoxyetyl (met)acrylat, 3-phenoxybenzyl (met)acrylat, phenoxydietylen glycol (met)acrylat, và phenoxy-polyetylen glycol (met)acrylat. Bằng cách đó, trở nên dễ dàng điều chỉnh sự cân bằng giữa các đặc tính về ứng dụng và các đặc tính của màng phủ của hợp phần nhựa.

Các hạt oxit vô cơ ở trên có thể là ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm silic đioxit, ziricon đioxit, nhôm oxit, magie oxit, titan oxit, thiếc oxit và kẽm oxit bởi vì những hạt oxit vô cơ này khả năng phân tán lý tưởng trong hợp phần nhựa và có thể dễ dàng tạo ra màng phủ cứng.

Sợi quang học theo một khía cạnh của sáng chế bao gồm sợi thủy tinh chứa lõi và lớp bọc, lớp nhựa thứ nhất tiếp xúc với sợi thủy tinh và phủ lên sợi thủy tinh, và lớp nhựa thứ hai phủ lên lớp nhựa thứ nhất, và lớp nhựa thứ hai bao gồm sản phẩm đã lưu hóa của hợp phần nhựa. Việc phủ hợp phần nhựa theo phương án này lên lớp nhựa thứ hai có thể cải thiện các đặc tính áp lực bên của sợi quang học.

Mô tả chi tiết phương án của sáng chế

Các ví dụ cụ thể về hợp phần nhựa, vật liệu phủ thứ cấp dùng cho sợi quang học, và sợi quang học theo phương án này sẽ được mô tả với sự tham khảo các hình vẽ nếu cần. Sáng chế không bị giới hạn ở các minh họa này nhưng được chỉ ra bởi yêu cầu bảo hộ và mong muốn bao gồm các ý nghĩa tương đương với yêu cầu bảo hộ và tất cả các phương án sửa đổi nằm trong phạm vi được bảo hộ. Trong phần mô tả dưới đây, các số chỉ dẫn giống nhau biểu thị cho các chi tiết giống nhau trong phần mô tả của hình vẽ, và không cần thiết phải giải thích thêm.

(Hợp phần nhựa)

Hợp phần nhựa theo phương án này bao gồm nhựa nền chứa oligome uretan (met)acrylat, monome có nhóm phenoxy, và chất khơi mào quang trùng hợp; và các hạt oxit vô cơ kỵ nước.

(Met)acrylat có nghĩa là acrylat hoặc metacrylat tương đương với nó. Điều này cũng áp dụng đối với axit (met)acrylic hoặc tương tự.

(Nhựa nền)

Nhựa nền theo phương án này chứa monome có nhóm phenoxy theo lượng bằng hoặc lớn hơn 1% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 30% khối lượng tính theo tổng lượng của nhựa nền. Nhựa nền chứa monome có nhóm phenoxy trong khoảng này, có thể cải thiện các đặc tính về ứng dụng của hợp phần nhựa và tạo ra màng phủ có môđun Young thích hợp làm nhựa để phủ lên sợi quang học. Hàm lượng của monome có nhóm phenoxy tốt hơn bằng hoặc lớn hơn 2% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 28% khối lượng, và tốt hơn nữa bằng hoặc lớn hơn 3% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 25% khối lượng.

Các ví dụ về monome có nhóm phenoxy bao gồm 2-phenoxyethyl (met)acrylat, 3-phenoxybenzyl (met)acrylat, phenoxydietylen glycol (met)acrylat, phenoxypolyetylen glycol (met)acrylat, và nonylphenoxypolyetylen glycol (met)acrylat. Từ quan điểm điều chỉnh sự cân bằng giữa các đặc tính về ứng dụng và các đặc tính của màng phủ của hợp phần nhựa, monome có nhóm phenoxy có thể là ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm 2-phenoxyethyl (met)acrylat, 3-phenoxybenzyl (met)acrylat, phenoxydietylen glycol (met)acrylat, và phenoxypolyetylen glycol (met)acrylat. Trong số đó, 2-phenoxyethyl (met)acrylat hoặc 3-phenoxybenzyl (met)acrylat được ưu tiên làm monome có nhóm phenoxy. Monome có nhóm phenoxy có thể được sử dụng ở dạng kết hợp giữa hai hoặc nhiều monome.

Từ quan điểm cải thiện các đặc tính về ứng dụng của hợp phần nhựa, độ nhớt của monome có nhóm phenoxy tốt hơn bằng hoặc nhỏ hơn 50 mPa·s ở 25°C, tốt hơn nữa bằng hoặc lớn hơn 1 mPa·s và bằng hoặc nhỏ hơn 30 mPa·s, và còn tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 1 mPa·s và bằng hoặc nhỏ hơn 25 mPa·s.

Nhựa nền có thể còn chứa monome không có nhóm phenoxy. Độ nhớt của monome không có nhóm phenoxy tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 50 mPa·s ở 25°C, tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 1 mPa·s và bằng hoặc nhỏ hơn 30 mPa·s, và còn tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 1 mPa·s và bằng hoặc nhỏ hơn 25 mPa·s. Do đó, có thể thu được hợp phần nhựa có sự cân bằng lý tưởng giữa các đặc tính về ứng dụng và các đặc tính của màng phủ.

Monome không có nhóm phenoxy có thể là monome đơn chức có một nhóm polyme hóa được hoặc monome đa chức có hai hoặc nhiều nhóm polyme hóa được.

Monome không có nhóm phenoxy có thể được sử dụng bằng cách trộn hai hoặc nhiều monome.

Các ví dụ về monome đơn chức không có nhóm phenoxy bao gồm monome (met)acrylat như metyl (met)acrylat, etyl (met)acrylat, propyl (met)acrylat, n-butyl (met)acrylat, sec-butyl (met)acrylat, tert-butyl (met)acrylat, isobutyl (met)acrylat, n-pentyl (met)acrylat, isopentyl (met)acrylat, hexyl (met)acrylat, heptyl (met)acrylat, isoamyl (met)acrylat, 2-ethylhexyl (met)acrylat, n-octyl (met)acrylat, isooctyl (met)acrylat, isodexyl (met)acrylat, lauryl (met)acrylat, 4-tert-butylxyclohexanol (met)acrylat, tetrahydrofurfuryl (met)acrylat, benzyl (met)acrylat, dicyclopentenyl (met)acrylat, dicyclopentenyl oxyetyl (met)acrylat, dicyclopentanyl (met)acrylat, nonylphenol polyetylen glycol (met)acrylat, và isobornyl (met)acrylat; nhóm carboxyl chứa monome như axit (met)acrylic, dime axit (met)acrylic, carboxyetyl (met)acrylat, carboxypentyl (met)acrylat, và ω -carboxy-polycaprolacton (met)acrylat; dị vòng chứa các (met)acrylat như N-acryloyl morpholin, N-vinyl pyrrolidon, N-vinyl caprolactam, N-acryloylpiperidin, N-metacryloylpiperidin, N-acryloylpyrrolidin, 3-(3-pyridin) propyl (met)acrylat, và trimetylolpropan formal acrylat vòng; monome maleimit như maleimit, N-xyclohexyl maleimit, và N-phenyl maleimit; monome amit như (met)acrylamit, N, N-dimetyl (met)acrylamit, N, N-dietyl (met)acrylamit, N-hexyl (met)acrylamit, N-metyl (met)acrylamit, N-isopropyl (met)acrylamit, N-butyl (met)acrylamit, N-metylol (met)acrylamit, và N-metylolpropan (met)acrylamit; aminoalkyl monome (met)acrylat như aminoetyl (met)acrylat, aminopropyl (met)acrylat, N, N-dimetyl aminoetyl (met)acrylat, và tert-butyl aminoetyl (met)acrylat; và monome suxinimit như N-(met)acryloyloxymetylen suxinimit, N-(met)acryloyl-6-oxyhexametylen suxinimit, và N- (met)acryloyl-8-oxyoctametylen suxinimit.

Từ quan điểm điều chỉnh môđun Young của màng phủ được tạo ra từ hợp phần nhựa, isobornyl (met)acrylat hoặc 4-tert-butylxyclohexanol (met)acrylat được ưu tiên, và isobornyl (met)acrylat được ưu tiên hơn làm monome đơn chức.

Các ví dụ về monome đa chức không có nhóm phenoxy bao gồm etylen glycol di(met)acrylat, polyetylen glycol di(met)acrylat, polypropylen glycol di(met)acrylat,

neopentyl glycol di(met)acrylat, tripropylen glycol di(met)acrylat, di(met)acrylat của sản phẩm cộng alkylen oxit của bisphenol A, tetraetylen glycol di(met)acrylat, axit hydroxypivalic neopentyl glycol di(met)acrylat, 1,4-butandiol di(met)acrylat, 1,6-hexandiol di(met)acrylat, 1,9-nonandiol di(met)acrylat, 1,12-dodecandiol di(met)acrylat, 1,14-tetradecandiol di(met)acrylat, 1,16-hexadecandiol di(met)acrylat, 1,20-eicosandiol di(met)acrylat, isopentyl diol di(met)acrylat, 3-etyl-1, 8-octandiol di(met)acrylat, sản phẩm cộng EO của bisphenol A di(met)acrylat, trimetylol propan tri(met)acrylat, trimetylol octan tri(met)acrylat, trimetylol propan polyetoxi tri(met)acrylat, trimetylol propan polypropoxy tri(met)acrylat, trimetylol propan polyetoxi polypropoxy tri(met)acrylat, tris[(met)acryloyloxyetyl] isoxyanurat, pentaerythritol tri(met)acrylat, pentaerythritol polyetoxi tetra(met)acrylat, pentaerythritol polypropoxy tetra(met)acrylat, pentaerythritol tetra(met)acrylat, ditrimetylol propan tetra(met)acrylat, dipentaerythritol tetra(met)acrylat, dipentaerythritol penta(met)acrylat, dipentaerythritol hexa(met)acrylat, và tris[(met)acryloyloxyetyl] isoxyanurat biến đổi caprolacton.

Từ quan điểm tạo ra màng phủ có modul Young mong muốn trong khi giảm độ nhớt của hợp phần nhựa, tripropylen glycol di(met)acrylat, 1,6-hexandiol (met)acrylat, và trimetylolpropan tri(met)acrylat có thể được sử dụng làm monome đa chức. Trong số đó, tripropylen glycol di(met)acrylat được ưu tiên làm monome đa chức.

Nhựa nền chứa monome (monome có nhóm phenoxy và monome không có nhóm phenoxy) tốt hơn ở lượng bằng hoặc lớn hơn 21% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 45% khối lượng, và tốt hơn nữa ở lượng bằng hoặc lớn hơn 22% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 43% khối lượng tính theo tổng lượng của nhựa nền. Việc chứa monome trong khoảng trên dẫn đến dễ dàng tạo ra hợp phần nhựa có sự cân bằng tốt hơn giữa các đặc tính về ứng dụng và các đặc tính của màng phủ.

Hợp phần nhựa theo phương án này bao gồm oligome uretan (met)acrylat. Oligome thu được cho phản ứng hợp chất polyol, hợp chất polyisoxyanat, và hợp chất (met)acrylat chứa nhóm hydroxyl có thể được sử dụng làm oligome uretan (met)acrylat.

Các ví dụ về hợp chất polyol bao gồm polytetrametylen glycol, polypropylen glycol và diol cộng bisphenol A-etylen oxit. Trọng lượng phân tử trung bình số của hợp chất polyol có thể là 400 đến 1000. Các ví dụ về hợp chất polyisoxyanat bao gồm 2,4-tolylen diisoxyanat, 2,6-tolylen diisoxyanat, isophoron diisoxyanat, và dicyclohexylmetan 4,4'-diisoxyanat. Các ví dụ về hợp chất (met)acrylat chứa nhóm hydroxyl bao gồm 2-hydroxyetyl (met)acrylat, 2-hydroxybutyl (met)acrylat, 1,6-hexandiol mono(met)acrylat, pentaerythritol tri(met)acrylat, 2-hydroxypropyl (met)acrylat, và tripropylen glycol mono(met)acrylat.

Hợp chất hữu cơ-thiếc thường được sử dụng làm chất xúc tác để tổng hợp oligome uretan (met)acrylat. Các ví dụ về hợp chất hữu cơ-thiếc bao gồm thiếc dibutyl dilaurat, thiếc dibutyl diacetat, thiếc dibutyl maleat, thiếc dibutyl bis(2-ethylhexyl mercaptoacetat), thiếc dibutyl bis(isooctyl mercaptoacetat), và thiếc dibutyl oxit. Từ quan điểm dễ dàng có được hoặc tính năng chất xúc tác, thiếc dibutyl dilaurat hoặc thiếc dibutyl diacetat ưu tiên được sử dụng làm chất xúc tác.

Khi oligome uretan (met)acrylat được tổng hợp, các rượu bậc thấp có 5 nguyên tử cacbon hoặc ít hơn có thể được sử dụng. Các ví dụ về các rượu bậc thấp bao gồm metanol, etanol, 1-propanol, 2-propanol, 1-butanol, 2-butanol, 2-metyl-2-propanol, 1-pentanol, 2-pentanol, 3-pentanol, 2-metyl-1-butanol, 3-metyl-1-butanol, 2-metyl-2-butanol, 3-metyl-2-butanol, và 2,2-dimetyl-1-propanol.

Hợp phần nhựa theo phương án này có thể còn chứa oligome epoxy (met)acrylat. Oligome thu được bằng cách cho hợp chất có nhóm (met)acryloyl phản ứng với nhựa epoxy có hai hoặc nhiều nhóm glycidyl có thể được sử dụng làm oligome epoxy (met)acrylat.

Chất khơi mào quang trùng hợp có thể được chọn một cách thích hợp từ các chất khơi mào quang trùng hợp gốc đã biết và được sử dụng. Các ví dụ về chất khơi mào quang trùng hợp bao gồm 1-hydroxycyclohexyl phenyl keton, 2,2-dimetoxy-2-phenylacetophenon, 1-(4-isopropylphenyl)-2-hydroxy-2-metylpropan-1-on, 2,4,4-trimetylpenylphosphin oxit, 2,4,4-trimetylbenzoyldiphenylphosphin oxit, 2-metyl-1-[4-(metylthio)phenyl]-2-morpholino-propan-1-on (Omnirad 907 do IGM

Resins sản xuất), 2,4,6-trimethylbenzoyldiphenylphosphin oxit (Omnirad TPO do IGM Resins sản xuất), và bis(2,4,6-trimethylbenzoyl) phenylphosphin oxit (Omnirad 819, do IGM Resins sản xuất).

(Hạt oxit vô cơ)

Các hạt oxit vô cơ theo phương án này là các hạt hình cầu có bề mặt được xử lý kỵ nước. Xử lý kỵ nước theo phương án này là đưa nhóm kỵ nước lên bề mặt của các hạt oxit vô cơ. Các hạt oxit vô cơ có nhóm kỵ nước được đưa vào có khả năng phân tán lý tưởng trong hợp phần nhựa. Nhóm kỵ nước có thể là nhóm phản ứng như nhóm (met)acryloyl, hoặc nhóm không phản ứng như nhóm hydrocarbon (ví dụ như nhóm alkyl) hoặc nhóm aryl (ví dụ như nhóm phenyl). Nếu là các hạt oxit vô cơ có nhóm phản ứng, lớp nhựa có modul Young cao dễ dàng được tạo ra.

Các hạt oxit vô cơ theo phương án này được phân tán trong môi trường phân tán. Sử dụng oxit vô cơ phân tán trong môi trường phân tán cho phép phân tán đều các hạt oxit vô cơ trong hợp phần nhựa và sau đó cải thiện độ ổn định khi bảo quản của hợp phần nhựa. Môi trường phân tán không bị giới hạn cụ thể miễn là việc lưu hóa hợp phần nhựa không bị cản trở. Môi trường phân tán có thể là môi trường phản ứng hoặc môi trường không phản ứng.

Về môi trường phân tán phản ứng, monome như hợp chất (met)acryloyl và hợp chất epoxy có thể được sử dụng. Các ví dụ về hợp chất (met)acryloyl bao gồm 1,6-hexandiol di(met)acrylat, bisphenol A di(met)acrylat biến đổi EO, polyetylen glycol di(met)acrylat, bisphenol A di(met)acrylat biến đổi PO, polypropylen glycol di(met)acrylat, và polytetrametylen glycol di(met)acrylat. Về hợp chất (met)acryloyl, các hợp chất được lấy làm ví dụ bởi monome mô tả ở trên có thể được sử dụng.

Môi trường phân tán không phản ứng có thể bao gồm dung môi keton như methyl ethyl keton (MEK), dung môi rượu như propylen glycol monometyl ete (PGME), hoặc dung môi este như propylen glycol monometyl ete axetat (PGMEA). Nếu là môi trường phân tán không phản ứng, hợp phần nhựa có thể được tạo ra bằng cách trộn nhựa nền và các hạt oxit vô cơ phân tán trong môi trường phân tán và loại bỏ một phần môi trường phân tán. Khi môi trường phân tán bao gồm các hạt oxit vô cơ được quan sát bằng kính hiển vi quang học (độ phóng đại khoảng 100 lần) và các hạt không nhìn

thấy được, các hạt oxit vô cơ được cho là phân tán dưới dạng các hạt ban đầu.

Do các đặc tính phân tán lý tưởng trong hợp phần nhựa và dễ dàng tạo ra màng phủ cứng, các hạt oxit vô cơ ở trên được ưu tiên là ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm silic đioxit (silic oxit), ziricon đioxit (ziricon oxit), nhôm oxit (alumin), magie oxit (magie oxit), titan oxit (titan oxit), thiếc oxit, và kẽm oxit. Từ quan điểm giá rẻ lý tưởng, dễ xử lý bề mặt, tính thấm tia tử ngoại, và dễ dàng tạo ra lớp nhựa với độ cứng thích hợp, các hạt silic oxit kỵ nước được ưu tiên hơn để sử dụng làm các hạt oxit vô cơ theo phương án này.

Từ quan điểm làm tăng môđun Young của lớp nhựa, đường kính trung bình của hạt ban đầu của các hạt oxit vô cơ tốt hơn là bằng hoặc nhỏ hơn 200nm, tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 5nm và bằng hoặc nhỏ hơn 200nm, và còn tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 10nm và bằng hoặc nhỏ hơn 100nm. Đường kính trung bình của hạt ban đầu có thể được xác định bằng phân tích ảnh của các ảnh qua kính hiển vi điện tử, phương pháp tán xạ ánh sáng và phương pháp BET là ví dụ. Môi trường phân tán trong đó hạt ban đầu của oxit vô cơ được phân tán nhìn bằng mắt thường có vẻ trong suốt khi đường kính của hạt ban đầu nhỏ. Khi đường kính của đường kính hạt ban đầu tương đối lớn (bằng hoặc lớn hơn 40nm), môi trường phân tán trong đó hạt ban đầu được phân tán có vẻ vẩn đục. Tuy nhiên, không nhìn thấy kết tủa.

Hàm lượng của các hạt oxit vô cơ tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 1% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 60% khối lượng, tốt hơn nữa bằng hoặc lớn hơn 7% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 50% khối lượng, và còn tốt hơn nữa là bằng hoặc lớn hơn 9% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 40% khối lượng tính theo tổng lượng của hợp phần nhựa. Hàm lượng của các hạt oxit vô cơ bằng hoặc lớn hơn 1% khối lượng cho phép dễ tạo ra lớp nhựa có các đặc tính áp lực bên lý tưởng. Hàm lượng của các hạt oxit vô cơ bằng hoặc nhỏ hơn 60% khối lượng, dẫn đến dễ cải thiện các đặc tính về ứng dụng của hợp phần nhựa.

Hợp phần nhựa có thể còn chứa chất kết hợp silan, chất sinh axit nhạy quang, chất tạo bằng, chất chống tạo bọt, chất chống oxy hóa, hoặc chất tương tự.

Chất kết hợp silan không bị giới hạn cụ thể miễn là nó không làm xáo trộn việc hóa rắn hợp phần nhựa. Các ví dụ về chất kết hợp silan bao gồm tetrametyl silic

oxitte, tetraetyl silic oxitte, mercaptopropyl trimetoxysilan, vinyltriclosilan, vinyltrietoxysilan, vinyltris(β -metoxy-etoxy)silan, β -(3,4-epoxyxyclohexyl)-etyltrimetoxysilan, dimetoxydimetylsilan, dietoxydimetylsilan, 3-acryloxypropyltrimetoxysilan, γ -glyxidoxypropyltrimetoxysilan, γ -glyxidoxypropylmetyldietoxysilan, γ -metacryloxypropyltrimetoxysilan, N-(β -aminoetyl)- γ -aminopropyltrimetoxysilan, N-(β -aminoetyl)- γ -aminopropyltrimetyldimetoxysilan, N-phenyl- γ -aminopropyltrimetoxysilan, γ -clopropyltrimetoxysilan, γ -mercaptopropyltrimetoxysilan, γ -aminopropyltrimetoxysilan, bis-[3-(trietoxysilyl)propyl]tetrasulfua, bis-[3-(trietoxysilyl)propyl]disulfua, γ -trimetoxysilylpropyldimetylthiocarbamyl tetrasulfua, và γ -trimetoxysilylpropyl benzothiazyl tetrasulfua.

Về chất sinh axit nhạy quang, muối oni có cấu trúc A^+B^- có thể được sử dụng. Các ví dụ về chất sinh axit nhạy quang bao gồm các muối sulfoni như UVACURE 1590 (do Daicel-Cytec sản xuất), CPI-100P, 110P, 210S (San-Apro Ltd.) và các muối iot như Omnicat 250 (do IGM Resins sản xuất), WPI-113 (do FUJIFILM Wako Pure Chemical Corporation sản xuất), Rp-2074 (do Rhodia Japan Ltd. sản xuất).

Độ nhớt của hợp phần nhựa theo phương án này bằng hoặc lớn hơn 300 mPa.s và bằng hoặc nhỏ hơn 4200 mPa.s ở 45°C, tốt hơn bằng hoặc lớn hơn 400 mPa.s và bằng hoặc nhỏ hơn 4000 mPa.s, và tốt hơn nữa bằng hoặc lớn hơn 500 mPa.s và bằng hoặc nhỏ hơn 3500 mPa.s. Độ nhớt của hợp phần nhựa ở trong khoảng trên có thể cải thiện các đặc tính về ứng dụng của hợp phần nhựa.

<Sợi quang học>

Fig.1 là sơ đồ mặt cắt ngang thể hiện ví dụ về sợi quang học theo phương án này. Sợi quang học 10 chứa sợi thủy tinh 13 bao gồm lõi 11 và lớp bọc 12, và lớp nhựa phủ 16 bao gồm lớp nhựa thứ nhất 14 được tạo ra ở mặt ngoài của sợi thủy tinh 13 và lớp nhựa thứ hai 15.

Lớp bọc 12 bao quanh lõi 11. Lõi 11 và lớp bọc 12 chủ yếu bao gồm thủy tinh như thủy tinh silic oxit, silic oxit được bổ sung germani có thể được sử dụng, ví dụ như, ở lõi 11, và silic oxit nguyên chất hoặc silic oxit được bổ sung flo có thể được sử dụng.

dụng ở lớp bọc 12.

Trong Fig.1, ví dụ như, đường kính ngoài (D2) của sợi thủy tinh 13 là khoảng 125 μm , và đường kính (D1) của lõi 11 cấu tạo nên sợi thủy tinh 13 là khoảng 7 đến 15 μm .

Độ dày của lớp nhựa phủ 16 thường là khoảng 60 đến 70 μm . Độ dày của mỗi lớp nhựa thứ nhất 14 và lớp nhựa thứ hai 15 có thể khoảng 10 đến 50 μm , và ví dụ như, độ dày của lớp nhựa thứ nhất 14 có thể là 35 μm và độ dày của lớp nhựa thứ hai 15 có thể là 25 μm . Đường kính ngoài của sợi quang học 10 có thể khoảng 245 đến 265 μm .

Hợp phần nhựa theo phương án này có thể được phủ lên lớp nhựa thứ hai. Lớp nhựa thứ hai có thể được tạo ra nhờ việc hóa rắn hợp phần nhựa bao gồm nhựa nền ở trên và các hạt oxit vô cơ. Hợp phần nhựa theo phương án này thích hợp làm vật liệu phủ thứ cấp dùng cho sợi quang học. Do đó, các đặc tính áp lực bên của sợi quang học có thể được cải thiện.

Modun Young của lớp nhựa thứ hai tốt hơn là bằng hoặc lớn hơn 1300 MPa ở 23°C, tốt hơn nữa là 1300 đến 2600 MPa, và còn tốt hơn nữa là 1300 đến 2500 MPa. Modun Young của lớp nhựa thứ hai bằng hoặc lớn hơn 1300 MPa dễ dàng cải thiện các đặc tính áp lực bên, và modun Young bằng hoặc nhỏ hơn 2600 MPa khó gây ra vết rạn hoặc tương tự ở lớp nhựa thứ hai do quy định về độ dai thích hợp của lớp nhựa thứ hai.

Các hạt oxit vô cơ phân tán trong môi trường phân tán vẫn phân tán ở lớp nhựa ngay cả sau khi hóa rắn lớp nhựa. Khi môi trường phân tán phản ứng được sử dụng, các hạt oxit vô cơ được trộn cùng với môi trường phân tán vào lớp nhựa và được kết hợp vào lớp nhựa mà vẫn duy trì trạng thái phân tán. Khi môi trường phân tán không phản ứng được sử dụng, ít nhất một phần môi trường phân tán bay hơi và biến mất khỏi hợp phần nhựa. Tuy nhiên, các hạt oxit vô cơ vẫn còn trong hợp phần nhựa mà vẫn duy trì trạng thái phân tán và cũng có mặt trong lớp nhựa sau khi lưu hóa mà vẫn duy trì trạng thái phân tán. Quan sát dưới kính hiển vi điện tử cho thấy hạt ban đầu của các hạt oxit vô cơ có mặt trong lớp nhựa được phân tán.

Lớp nhựa thứ nhất 14 có thể được tạo ra nhờ hóa rắn hợp phần nhựa chứa oligome uretan (met)acrylat, monome, chất khơi mào quang trùng hợp và chất kết hợp

silan. Các kỹ thuật trước đây có thể được sử dụng đối với hợp phần nhựa làm lớp nhựa thứ nhất. Oligome uretan (met)acrylat, monome, chất khơi mào quang trùng hợp và chất kết hợp silan có thể được chọn một cách thích hợp từ các hợp chất được lấy làm ví dụ trong nhựa nền nêu trên. Hợp phần nhựa cấu tạo nên lớp nhựa thứ nhất có thành phần khác với nhựa nền tạo ra lớp nhựa thứ hai.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Dưới đây, các kết quả của thử nghiệm đánh giá sử dụng các ví dụ và các ví dụ so sánh theo sáng chế sẽ được trình bày, và sáng chế được mô tả một cách chi tiết hơn. Sáng chế không bị giới hạn ở các ví dụ này.

(Oligome)

Về oligome, oligome uretan acrylat (UA) thu được bằng cách cho phản ứng polypropylen glycol có trọng lượng phân tử là 600, 2,4-tolylene diisocyanat, và hydroxyethyl acrylat, và oligome epoxy acrylat (EA) được tạo ra.

(Monome có nhóm phenoxy)

Về monome có nhóm phenoxy, 3-phenoxybenzyl acrylat (tên thương mại "Light Acrylat POB-A" của Kyoeisha Chemical Co., Ltd.), 2-phenoxyethyl acrylat (tên thương mại "Light Acrylat PO-A" của Kyoeisha Chemical Co., Ltd.), phenoxydietylen glycol acrylat (tên thương mại "Light Acrylat P2H-A" của Kyoeisha Chemical Co., Ltd.), và phenoxy polyetylen glycol acrylat (tên thương mại "Light acrylat P-200A" của Kyoeisha Chemical Co., Ltd.) được tạo ra.

(Monome không có nhóm phenoxy)

Về monome không có nhóm phenoxy, isobornyl acrylat (tên thương mại "IBXA" của Osaka Organic Chemical Industry Co., Ltd.) và tripropylen glycol diacrylat (tên thương mại "TPGDA" của Daicel-Allnex Co., Ltd.) được tạo ra.

(Chất khơi mào quang trùng hợp)

Về chất khơi mào quang trùng hợp, 1-hydroxycyclohexyl phenyl keton và 2,4,6-trimethylbenzoyldiphenylphosphin oxit được tạo ra.

(Hạt oxit vô cơ)

Về các hạt oxit vô cơ, các hạt silic oxit kỵ nước có cỡ hạt trung bình là 70 đến 100nm, các hạt silic oxit kỵ nước có cỡ hạt trung bình là 40 đến 60nm, và các hạt silic oxit kỵ nước có cỡ hạt trung bình là 10 đến 15nm được tạo ra. các hạt silic oxit này có nhóm metacryloyl và phân tán trong methyl ethyl keton (MEK).

[Tạo ra hợp phần nhựa]

Nhựa nền được tạo ra bằng cách trộn oligome, monome, và chất khơi mào quang trùng hợp ở trên. Nhựa nền và các hạt silic oxit được trộn, rồi sau đó phần lớn MEK ở dạng môi trường phân tán được loại bỏ trong điều kiện áp suất giảm để tạo ra các hợp phần nhựa tương ứng. Hàm lượng của MEK trong hợp phần nhựa bằng hoặc nhỏ hơn 5% khối lượng.

Ở bảng 1 và bảng 2, giá trị của monome là hàm lượng tính theo tổng lượng của nhựa nền, giá trị của oligome là hàm lượng tính theo tổng lượng của monome, oligome, và các hạt silic oxit, và giá trị của các hạt silic oxit là hàm lượng tính theo tổng lượng của hợp phần nhựa.

Tiến hành đánh giá dưới đây sử dụng các hợp phần nhựa thu được ở các ví dụ và các ví dụ so sánh. Các kết quả được thể hiện ở các bảng 1 và 2.

(Độ nhớt)

Độ nhớt ở 45°C của hợp phần nhựa được đo bằng cách sử dụng "nhớt kế số DV-II" của Brookfield Co., Ltd. (trực chính được sử dụng: số 18 và tốc độ quay: 10 vòng/phút) là nhớt kế kiểu B.

(Modun Young)

Mỗi hợp phần nhựa được phủ lên màng polyetylen terephthalat (PET) bằng cách sử dụng máy phủ quay, rồi sau đó được sử dụng hệ đèn UV không điện cực UV "VPS6 (D bulb)" do Heraeus sản xuất ở điều kiện là $1000 \pm 100 \text{ mJ/cm}^2$ để tạo ra lớp nhựa có độ dày là $200 \pm 20 \text{ }\mu\text{m}$ (màng phủ) lên màng PET. Lớp nhựa được bóc khỏi màng PET để thu được màng nhựa.

Màng nhựa được đục lỗ thành hình dạng quả tạ theo kiểu 5 của JIS K 7127 và được kéo ở điều kiện $23 \pm 2^\circ\text{C}$ và độ ẩm tương đối $50 \pm 10\%$ sử dụng máy thử lực kéo ở tốc độ kéo căng là 1 mm/phút và chiều dài đo là 25 mm, và thu được đường ứng suất

biến dạng. Modun Young được xác định khoảng 2,5% cát tuyến.

[Tạo ra sợi quang học]

Hợp phần nhựa A1 thu được bằng cách trộn 75 phần khối lượng oligome uretan acrylat thu được bằng cách cho phản ứng polypropylen glycol có trọng lượng phân tử 2000, 2,4-tolylene diisoxyanat, hydroxyetyl acrylat, và metanol; 12 phần khối lượng nonylphenoxypolyetylen glycol acrylat; 6 phần khối lượng N-vinyl caprolactam; 2 phần khối lượng 1,6-hexandiol diacrylat; 1 phần khối lượng 2,4,6-trimetylbenzoyldiphenylphosphin oxit (Omnirad TPO); và 1 phần khối lượng 3-mercaptopropyltrimetoxysilan (MPTS).

Lớp nhựa thứ nhất có độ dày 35 μm được tạo ra ở mặt ngoài của sợi thủy tinh có đường kính 125 μm và gồm có lõi và lớp bọc bằng cách sử dụng hợp phần nhựa A1, mỗi hợp phần nhựa được tạo ra ở các ví dụ hoặc các ví dụ so sánh tiếp tục được phủ lên mặt ngoài của lớp nhựa thứ nhất để tạo ra lớp nhựa thứ hai, và sợi quang học được sản xuất. Vận tốc tuyến tính được đặt ở 1500 m/phút.

(Đặc tính về ứng dụng)

Đối với sợi quang học được sản xuất, các đặc tính về ứng dụng của hợp phần nhựa được đánh giá bằng cách xác định có hay không có vết cắt. Trường hợp không có vết cắt được đánh giá là "OK", và trường hợp xác nhận có vết cắt được đánh giá là "NG". Khi độ nhớt của hợp phần nhựa quá cao, đường kính phủ khi tạo ra lớp nhựa thứ hai không phù hợp, và dễ xuất hiện vết cắt. Mặt khác, khi độ nhớt của hợp phần nhựa quá thấp, lực tự định vị khó làm việc và dễ xuất hiện độ dày không đều.

[Bảng 1]

Các ví dụ		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Oligome (% khối lượng)	UA	29,1	28,5	27	27	27	27	31,5	24	22,5	37,2	41	31,2
	EA	8,7	8,6	8,1	8,1	8,1	8,1	9,5	7,2	6,8	11,1	-	-
Monome có nhóm phenoxy (% khối lượng)	POB-A	-	-	-	10	-	-	-	-	-	-	-	-
	PO-A	3	5	10	-	-	-	10	20	25	16,7	10	20
	P2H-A	-	-	-	-	10	-	-	-	-	-	-	-
	P-200A	-	-	-	-	-	10	-	-	-	-	-	-
Monome không có nhóm phenoxy (% khối lượng)		20,4	20,0	18,9	18,9	18,9	18,9	22,1	16,8	15,8	26,0	22,1	16,8
Các hạt silic oxit (% khối lượng)		40	40	40	40	40	40	30	40	40	9	30	40
Cỡ hạt trung bình của các hạt silic oxit (nm)		70-100	40-60	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15	10-15
Độ nhớt ở 45°C (mPa.s)		2000	2200	2580	2740	2580	2580	1100	1200	1200	500	1150	1200
Modun Young (MPa)		1900	1980	2300	2350	2000	1800	1900	2300	2300	1500	1800	2100
Đặc tính về ứng dụng		OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK	OK

[Bảng 2]

Các ví dụ so sánh		1	2	3	4
Oligome (% khối lượng)	UA	30	30	30	20,7
	EA	9	9	9	6,2
Monome có nhóm phenoxy (% khối lượng)	POB-A	-	-	-	-
	PO-A	-	-	-	31
	P2H-A	-	-	-	-
	P-200A	-	-	-	-
Monome không có nhóm phenoxy (% khối lượng)		21	21	21	14,5
Các hạt silic oxit (% khối lượng)		40	40	40	40
Cỡ hạt trung bình của các hạt silic oxit (nm)		70-100	40-60	10-15	10-15
Độ nhớt ở 45°C (mPa.s)		4200	5530	6400	200
Modun Young (MPa)		1950	2000	2250	2300
Đặc tính về ứng dụng		NG	NG	NG	NG

Hợp phần nhựa ở các ví dụ được xác nhận là đạt được cả các đặc tính về ứng dụng lẫn các đặc tính của màng phủ.

Đơn này yêu cầu hưởng quyền ưu tiên theo đơn yêu cầu cấp bằng độc quyền sáng chế Nhật Bản số 2018-070649 nộp ngày 2 tháng 4 năm 2018, và kết hợp tất cả các nội dung mô tả trong đơn Nhật Bản này.

Danh sách số chỉ dẫn

10: sợi quang học, 11: lõi, 12: lớp bọc, 13: sợi thủy tinh, 14: lớp nhựa thứ nhất, 15: lớp nhựa thứ hai, 16: lớp nhựa phủ.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Hợp phần nhựa bao gồm nhựa nền chứa oligome uretan (met)acrylat, monome có nhóm phenoxy, và chất khơi mào quang trùng hợp và các hạt oxit vô cơ kỵ nước, trong đó:

độ nhớt bằng hoặc lớn hơn 300 mPa.s và bằng hoặc nhỏ hơn 4200 mPa.s ở 45°C,

hàm lượng monome có nhóm phenoxy bằng hoặc lớn hơn 1% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 30% khối lượng tính theo tổng lượng của nhựa nền,

hợp phần nhựa được sử dụng để tạo ra lớp nhựa thứ hai của sợi quang học, và
modun Young của sản phẩm đã lưu hóa của hợp phần nhựa là từ 1300 đến 2600 MPa ở 23°C.

2. Hợp phần nhựa theo điểm 1, trong đó nhựa nền còn chứa monome không có nhóm phenoxy.

3. Hợp phần nhựa theo điểm 2, trong đó độ nhớt của monome không có nhóm phenoxy bằng hoặc nhỏ hơn 50 mPa.s ở 25°C.

4. Hợp phần nhựa theo điểm 1, trong đó monome có nhóm phenoxy là ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm 2-phenoxyetyl (met)acrylat, 3-phenoxybenzyl (met)acrylat, phenoxydietylen glycol (met) acrylat, và phenoxypolyetylen glycol (met) acrylat.

5. Hợp phần nhựa theo điểm 1, trong đó các hạt oxit vô cơ là ít nhất một loại được chọn từ nhóm bao gồm silic đioxit, ziricon đioxit, nhôm oxit, magie oxit, titan oxit, thiếc oxit và kẽm oxit.

6. Hợp phần nhựa theo điểm 1, trong đó đường kính hạt ban đầu trung bình của các hạt oxit vô cơ là bằng hoặc nhỏ hơn 200nm.

7. Hợp phần nhựa theo điểm 1, trong đó hàm lượng của các hạt oxit vô cơ bằng hoặc lớn hơn 1% khối lượng và bằng hoặc nhỏ hơn 60% khối lượng tính theo tổng lượng của hợp phần nhựa.

8. Vật liệu phủ thứ cấp dùng cho sợi quang học, bao gồm hợp phần nhựa theo điểm 1.

9. Sợi quang học chứa:

sợi thủy tinh bao gồm lõi và lớp bọc;

lớp nhựa thứ nhất tiếp xúc với sợi thủy tinh và phủ lên sợi thủy tinh; và

lớp nhựa thứ hai phủ lên lớp nhựa thứ nhất,

trong đó lớp nhựa thứ hai chứa sản phẩm đã lưu hóa của hợp phần nhựa theo điểm 1.

Fig.1