

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公表特許公報(A)

(11)公表番号  
特表2025-521371  
(P2025-521371A)

(43)公表日 令和7年7月9日(2025.7.9)

| (51)国際特許分類        |                             | F I                 | テーマコード (参考)                 |           |
|-------------------|-----------------------------|---------------------|-----------------------------|-----------|
| C 0 3 C           | 25/326(2018.01)             | C 0 3 C             | 25/326                      | 2 H 2 5 0 |
| C 0 8 F           | 290/06 (2006.01)            | C 0 8 F             | 290/06                      | 4 G 0 6 0 |
| C 0 3 C           | 25/1065(2018.01)            | C 0 3 C             | 25/1065                     | 4 J 0 3 8 |
| C 0 9 D           | 175/16 (2006.01)            | C 0 9 D             | 175/16                      | 4 J 1 2 7 |
| C 0 9 D           | 4/06 (2006.01)              | C 0 9 D             | 4/06                        |           |
|                   |                             | 審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 | (全41頁)                      | 最終頁に続く    |
| (21)出願番号          | 特願2024-561568(P2024-561568) | (71)出願人             | 521218700                   |           |
| (86)(22)出願日       | 令和5年4月19日(2023.4.19)        |                     | コベストロ (ネザーランズ) ビー・ ヴ        |           |
| (85)翻訳文提出日        | 令和6年12月10日(2024.12.10)      |                     | イー・                         |           |
| (86)国際出願番号        | PCT/US2023/019087           |                     | オランダ国 6 1 6 7 エアーデー ヘレー     |           |
| (87)国際公開番号        | WO2023/205224               |                     | ン, ウルモンデルバーン 2 2            |           |
| (87)国際公開日         | 令和5年10月26日(2023.10.26)      | (71)出願人             | 516284183                   |           |
| (31)優先権主張番号       | 63/333,148                  |                     | コベストロ・エルエルシー                |           |
| (32)優先日           | 令和4年4月21日(2022.4.21)        |                     | アメリカ合衆国、1 5 2 0 5 - 9 7 4 1 |           |
| (33)優先権主張国・地域又は機関 | 米国(US)                      |                     | ・ペンシルバニア、ピッツバーグ、コベ          |           |
| (31)優先権主張番号       | 63/333,150                  | (74)代理人             | 100114188                   |           |
| (32)優先日           | 令和4年4月21日(2022.4.21)        |                     | 弁理士 小野 誠                    |           |
| (33)優先権主張国・地域又は機関 | 米国(US)                      | (74)代理人             | 100119253                   |           |
| (31)優先権主張番号       | 63/333,151                  |                     | 弁理士 金山 賢教                   |           |
|                   | 最終頁に続く                      | (74)代理人             | 100124855                   | 最終頁に続く    |

(54)【発明の名称】 光ファイバを被覆するための低揮発性放射線硬化性組成物

(57)【要約】  
本明細書に開示および請求されるのは、ヒドロキシ官能性またはチオール官能性主鎖化合物、イソシアネート化合物、およびヒドロキシル官能性エンドキャップの反応生成物である1つ以上のオリゴマー（a）と、任意に1つ以上の第2のオリゴマー（b）と、任意に1つ以上の反応性希釈剤モノマーと、1つ以上の光開始剤と、任意に1つ以上の添加剤と、を含む、光ファイバ一次被覆組成物である。オリゴマーは、被覆組成物全体に対して少なくとも0.01重量%の量で存在し、イソシアネート基のヒドロキシル基またはチオール基に対するモル比が1.0以下である。（a）+（b）の総量は70重量%から99重量%の間である。また、本明細書に記載の組成物を取り入れた光ファイバの被覆方法、およびそれから製造される被覆光ファイバおよびケーブルも開示される。

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

光ファイバー一次被覆組成物であって、一次被覆組成物全体の重量に対して：

(a) 少なくとも 0.01 重量%の、(iii) エチレン性不飽和部分をさらに含むヒドロキシル官能性エンドキャップ、(ii) イソシアネート化合物、および (i) ヒドロキシル官能性またはチオール官能性主鎖化合物の反応生成物である 1 つ以上のオリゴマー；

ここで、(ii) 中のイソシアネート基の数の (i) 中のヒドロキシル基およびチオール基の数に対するモル比は、1.0 以下であり；

(b) 任意に、(a) 以外の 1 つ以上のウレタン（メタ）アクリレートオリゴマー；

(c) 任意に、反応性希釈剤モノマー；

(d) 光開始剤；

(e) 任意に、1 つ以上の添加剤

を含み、

ここで、(a) + (b) の総量が、70 重量%～99 重量%である、光ファイバー一次被覆組成物。

10

## 【請求項 2】

(b) が存在しない場合に、(a) に記載の 1 つ以上のオリゴマーが、少なくとも 2 個のエチレン性不飽和基、より好ましくは 2 個のエチレン性不飽和基を有する、請求項 1 に記載の光ファイバー一次被覆組成物。

20

## 【請求項 3】

(a) に記載の 1 つ以上のオリゴマーが、0.1 重量%以上および 96 重量%以下の量で存在し、(i) が、ポリエーテル、ポリエステル、ポリブタジエン、ポリカーボネートまたはシリコン部分を含む、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

## 【請求項 4】

(a) に記載の 1 つ以上のオリゴマーが、1 重量%超、好ましくは 5 重量%超、好ましくは 10 重量%超、好ましくは 20 重量%超、好ましくは 30 重量%超、好ましくは 40 重量%超の量で存在する、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

30

## 【請求項 5】

(a) に記載の 1 つ以上のオリゴマーが、95 重量%以下、好ましくは 90 重量%以下、好ましくは 80 重量%以下、好ましくは 70 重量%以下の量で存在する、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

## 【請求項 6】

組成物中のアクリレート含有量が、2.50 mol/kg 組成物以下、好ましくは 2.00 mol/kg 組成物以下、より好ましくは 1.50 mol/kg 組成物以下、より好ましくは 1.20 mol/kg 組成物以下、より好ましくは 1.00 mol/kg 組成物以下、より好ましくは 0.80 mol/kg 組成物以下である、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

40

## 【請求項 7】

組成物中のウレタン含有量が、0.20～1.5 mol/kg 組成物である、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

## 【請求項 8】

組成物中のウレタン含有量が、0.90 mol/kg 組成物以下、好ましくは 0.70 mol/kg 組成物以下である、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

## 【請求項 9】

組成物中のウレタン含有量が、0.25 mol/kg 組成物以上、または 0.30 mol/kg 組成物以上、または 0.31 mol/kg 組成物以上、または 0.35 mol/kg

50

kg組成物以上、または $0.40\text{mol/kg}$ 組成物以上、または $0.45\text{mol/kg}$ 組成物以上、または $0.50\text{mol/kg}$ 組成物以上である、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

【請求項10】

オリゴマー(a)および(b)中の全アクリレート含有量が、 $0.05\text{mol/kg}$ オリゴマー(a)+(b)～ $0.80\text{mol/kg}$ オリゴマー(a)+(b)である、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

【請求項11】

オリゴマー(a)および(b)中の全アクリレート含有量が、 $0.70\text{mol/kg}$ オリゴマー(a)+(b)以下、または $0.60\text{mol/kg}$ オリゴマー(a)+(b)以下、または $0.50\text{mol/kg}$ オリゴマー(a)+(b)以下、または $0.40\text{mol/kg}$ オリゴマー(a)+(b)以下、または $0.30\text{mol/kg}$ オリゴマー(a)+(b)以下、または $0.28\text{mol/kg}$ オリゴマー(a)+(b)以下である、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

10

【請求項12】

(a)および(b)に記載のオリゴマーが、80重量%以上96重量%以下の量で存在し、(i)が、ポリエーテル、ポリエステル、ポリブタジエン、ポリカーボネート、またはシリコン部分を含む、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

【請求項13】

ヒドロキシ官能性またはチオール官能性主鎖化合物(i)が、ポリエーテルポリオール、好ましくはポリプロピレングリコールを含む、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

20

【請求項14】

(ii)中のイソシアネート基の数の(i)中のヒドロキシル基およびチオール基の数に対するモル比が、 $2/3$ 以上である、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

【請求項15】

(a)に記載の1つ以上のオリゴマーが、 $15\text{Pa}\cdot\text{s}$ 未満、または $12\text{Pa}\cdot\text{s}$ 未満、または $10\text{Pa}\cdot\text{s}$ 未満、または $2\text{Pa}\cdot\text{s}$ 未満、または $1\sim 15\text{Pa}\cdot\text{s}$ 、または $2\sim 12\text{Pa}\cdot\text{s}$ 、または $3\sim 10\text{Pa}\cdot\text{s}$ の粘度を有し、粘度が、 $25^\circ\text{C}$ および $2500\text{s}^{-1}$ のせん断速度で測定される、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

30

【請求項16】

(a)に記載のオリゴマーが、 $1.8\sim 2.2$ 個のウレタン結合を有し、および/または(a)に記載の1つ以上のオリゴマーが、ジブロックまたはトリブロック構造を有する、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

【請求項17】

(a)に記載の1つ以上のオリゴマーが、 $1000\text{g/mol}\sim 10000\text{g/mol}$ 、好ましくは $1200\text{g/mol}\sim 9000\text{g/mol}$ の数平均分子量(Mn)を有する、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

40

【請求項18】

(a)に記載の1つ以上のオリゴマーが、一末端においてヒドロキシル基で終わる、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

【請求項19】

(iii)ヒドロキシル官能性エンドキャップが、1個または2個のエチレン性不飽和部分をさらに含み、好ましくは、(iii)ヒドロキシル官能性エンドキャップが、1個のエチレン性不飽和部分をさらに含む、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバー一次被覆組成物。

【請求項20】

50

(i) ヒドロキシ官能性主鎖化合物が、少なくとも2個のヒドロキシル基、または少なくとも3個のヒドロキシル基、または4個のヒドロキシル基を含む、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバ一次被覆組成物。

【請求項21】

(a) に記載の1つ以上のオリゴマーが、(i) としての単一のPPGジオール；(ii) としての単一のジイソシアネート化合物；および(iii) としてのヒドロキシ官能性(メタ)アクリレート化合物の反応生成物を含む、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバ一次被覆組成物。

【請求項22】

1つ以上のオリゴマー(a)において、(ii) 中のイソシアネート基の(i) 中のヒドロキシル基の数に対するモル比が、1.0に等しい、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバ一次被覆組成物。

10

【請求項23】

(ii) が、イソホロンジイソシアネート、2,4-異性体トルエンジイソシアネート、4,4'-メチレンジシクロヘキシルジイソシアネート、1,5-ペンタンジイソシアネート、2,2,4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、2,4,4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、もしくはヘキサメチレンジイソシアネート、またはそれらの組み合わせを含むか、それらから本質的になるか、またはそれらからなる、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバ一次被覆組成物。

【請求項24】

20

(iii) が、ヒドロキシエチルメタクリレート、ヒドロキシエチルアクリレート、2-ヒドロキシプロピルメタクリレート、2-ヒドロキシプロピルアクリレート、3-ヒドロキシプロピルメタクリレート、3-ヒドロキシプロピルアクリレート、4-ヒドロキシブチルメタクリレート、4-ヒドロキシブチルアクリレート、カプロラクトンメタクリレート、カプロラクトンアクリレート、グリセロールアクリレートメタクリレート、グリセロールジメタクリレート、グリセロールジアクリレート、またはそれらの組み合わせを含むか、それらから本質的になるか、またはそれらからなる、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバ一次被覆組成物。

【請求項25】

1つ以上のウレタン(メタ)アクリレートオリゴマー(b)が、29.95重量%以下の量で存在する、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバ一次被覆組成物。

30

【請求項26】

1つ以上のウレタン(メタ)アクリレートオリゴマー(b)が、(i) ヒドロキシ官能性主鎖化合物、(ii) イソシアネート化合物、および(iii) ヒドロキシ官能性エンドキャップの反応生成物も含み、

ここで、ウレタン(メタ)アクリレートオリゴマー(b)において、(ii) 中のイソシアネート基の数の(i) 中のヒドロキシル基の数に対するモル比が、1.0より大きく、より好ましくは約1.5～約2.0である、

先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバ一次被覆組成物。

【請求項27】

40

(b) に記載のオリゴマーについて、(ii) 中のイソシアネート基の数の(i) および(iii) 中のヒドロキシル基およびチオール基の数に対するモル比が、1.0に等しい、請求項26に記載の光ファイバ一次被覆組成物。

【請求項28】

(c) が、29.95重量%以下の量で存在し、2-エチルヘキシルアクリレート、2-フェノキシエチルアクリレート、2-(2-エトキシエトキシ)エチルアクリレート、n-ビニルピロリドン、ジメチルアクリルアミド、n-ビニルカプロラクタム、エトキシル化2-フェノキシエチルアクリレート、4-ヒドロキシブチルアクリレート、ラウリルアクリレート、イソボルニルアクリレート、カプロラクトンアクリレート、エトキシル化ノニルフェノールアクリレート、トリデシルアクリレート、もしくはイソデシルアクリレ

50

ート、またはこれらの組み合わせを含む、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバ一次被覆組成物。

【請求項 29】

光開始剤 (d) が、0.04 重量%～8 重量%で存在し、2, 4, 6-トリメチルベンゾイルエトキシフェニルホスフィンオキシド、2, 4, 6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシド、 $\alpha$ -ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパノン、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-(4-イソプロピルフェニル)プロパノン、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-(4-ドデシルフェニル)プロパノン、2-ヒドロキシ-1-{4-[4-(2-ヒドロキシ-2-メチルプロピオニル)-ベンジル]-フェニル}-2-メチルプロパン-1-オン、もしくは2-ヒドロキシ-2-メチル-1-[(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル]プロパノン、またはそれらの組み合わせを含むか、それらから本質的になるか、またはそれらからなる、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバ一次被覆組成物。

10

【請求項 30】

添加剤 (e) が、10 重量%未満の量で存在し、接着促進剤をさらに含む、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバ一次被覆組成物。

【請求項 31】

前記一次被覆組成物が、ガラス光ファイバの表面上に塗布され；二次被覆組成物が、一次被覆組成物に塗布され；被覆組成物および二次被覆組成物が、紫外線を放出して前記一次被覆組成物および前記二次被覆組成物の硬化に影響を及ぼすことができる少なくとも1つの放射線源に曝露されて、光ファイバの表面上に硬化した一次被覆を形成し、硬化した一次被覆の表面上に硬化した二次被覆を形成し、硬化した一次被覆が、1.5 MPa 未満のインサイチュ引張弾性率を有する、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバ一次被覆組成物。

20

【請求項 32】

前記組成物が、本明細書の他の箇所で特定されるプロセスおよび寸法に従ってフィルムに硬化されるとき、

貯蔵弾性率 ( $G'$ ) が 600 kPa 未満、または 1～550 kPa、または 10～500 kPa、または 300 kPa 未満、または 1～200 kPa、または 10～150 kPa である；さらに／または

30

貯蔵弾性率増加の 30% に達するまでの時間が 1.2 秒未満、または 1 秒未満である、先行する請求項のいずれかに記載の光ファイバ一次被覆組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は一般に、光ファイバ一次被覆組成物として特に好適な、放射線硬化性配合物、一次被覆組成物として放射線硬化性配合物を用いて光ファイバを被覆する方法、およびそれから製造される被覆された光ファイバに関する。

関連出願との相互参照

【0002】

無し

【背景技術】

【0003】

光ファイバは、ガラスの熱溶融紡糸によって得られるガラスファイバと、保護補強のためにガラスファイバの上に配置された1つ以上の被覆層とから構成される。光ファイバは例えば、最初に、ガラスファイバの表面上に可撓性の一次被覆層を形成し、次いで、一次被覆層の上に二次被覆と呼ばれるより剛性の二次被覆層を形成することによって製造される。また、結合材で結合された被覆層を有する複数の光ファイバを有するテープ状の光ファイバまたは光ファイバケーブルも知られている。

【0004】

40

50

それらは特に速硬化性であり、光ファイバに所望の特性を付与することができるので、放射線硬化性熱硬化性組成物は、一次および二次被覆層を形成するために長く使用されてきた。典型的には放射線硬化性光ファイバ被覆は、照射の影響下で、フリーラジカル重合によって架橋を受ける1つ以上のエチレン性不飽和 ( $C=C$ ) 結合を有する1つ以上の成分の混合物を含有する組成物の硬化生成物である。このような組成物には、特に硬化が紫外線 (UV) 波長の照射によって行われる場合、放射線硬化を補助するための光開始剤も通常含まれている。

#### 【0005】

比較的柔らかい内側一次被覆は、被覆された光ファイバの信号伝送のさらなる減衰 (すなわち、信号損失) をもたらすため、望ましくないマイクロベンディングに対する抵抗を提供する。マイクロベンドは、数マイクロメートルの局所的な軸方向変位および数ミリメートルの空間波長を含む、光ファイバにおける微視的な曲率である。マイクロベンドは、熱応力および／または機械的横方向力によって誘発され得る。被覆は、光ファイバをマイクロベンディングから保護する横方向の力の保護を提供することができるが、被覆の厚さが減少することにつれて、提供される保護の量は減少する。

#### 【0006】

一次被覆は、光ファイバのコアから誤った光信号を除去することができるように、好ましくは関連する光ファイバのクラッドよりも高い屈折率を有する。一次被覆は熱および加水分解老化の間、ガラスファイバに対する適切な接着性を維持すべきであるが、(必要に応じて) スプライシング目的のためにガラスファイバから剥離可能であることができる。一次被覆は、典型的には  $20 \sim 50 \mu m$  (例えば、約  $25$  または  $32.5 \mu m$ ) の範囲の厚さを有し、 $200 \mu m$  のファイバについては、 $15 \sim 25 \mu m$  の範囲のより薄い厚さを有する。

#### 【0007】

より硬い二次被覆は、被覆された光ファイバが、リボン状にし、および／またはケーブル化したときに発生するような取り扱い力に対する耐性を提供する。放射線硬化性光ファイバの二次被覆組成物はまた、一般に、エチレン性不飽和化合物の混合物を含み、液体エチレン性不飽和希釈剤に溶解または分散された1つ以上のアクリレート官能性オリゴマーおよび光開始剤中を含む。被覆組成物は、典型的には液体形態で光ファイバに塗布され、次いで、硬化を行うために化学線に曝露される。

#### 【0008】

ガラスファイバ上に被覆層を形成するために一般に使用される方法は例えば、ガラスファイバを液体硬化性樹脂組成物で被覆し、熱または光、特に紫外線で硬化させることである。一次層および二次層を含む光ファイバ被覆は典型的には2つのプロセス、すなわち、ウェット・オン・ウェット (WOW) およびウェット・オン・ドライ (WOD) のうちの1つを使用して適用される。WODプロセスでは、ファイバが最初に、UV放射への曝露によって硬化される一次被覆塗布を通過する。次いで、ファイバは二次被覆塗布を通過し、その後、同様の手段によって硬化される。WOWプロセスでは、ファイバが一次および二次被覆塗布の両方を通過し、その後、ファイバは硬化工程に進む。ウェット・オン・ウェット・プロセスでは、一次塗布と二次塗布との間の硬化ランプが省略される。

#### 【発明の概要】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0009】

より持続可能で効果的な光ファイバ被覆を求める動きが引き続き存在する。十分に速く硬化し、十分なファイバ上の性能を付与し、かつそれらが関連する光ファイバ基材に依然として十分に接着する、既知の光ファイバ被覆には、依然として改善の余地を有する。具体的には産業界によって期待されるように、許容可能な硬化速度およびファイバ上の性能を維持するが、それにもかかわらず、そこに含まれるモノマーおよび／または希釈剤化合物の含有量の減少によって証明されるように、より低い揮発性を有する、光ファイバ一次被覆を提供することが望ましい。

## 【図面の簡単な説明】

【0010】

無し

## 【課題を解決するための手段】

【0011】

本明細書には、本発明のいくつかの態様および実施形態が記載される。第1の態様は、一次被覆組成物全体の重量に対して：(a)少なくとも0.01重量%の、(i)ヒドロキシ官能性またはチオール官能性主鎖(backbone)化合物、(ii)イソシアネート化合物；および(iii)エチレン性不飽和部分をさらに含むヒドロキシル官能性エンドキャップの反応生成物である1つ以上のオリゴマーであって、(ii)中のイソシアネート基の数の(i)中のヒドロキシル基およびチオール基の数に対するモル比が、1.0以下である、オリゴマー；(b)任意の、(a)以外の1つ以上のウレタン(メタ)アクリレートオリゴマー；(c)任意に、反応性希釈剤モノマー；(d)光開始剤；(e)任意に、1つ以上の添加材；を含み、ここで、(a)+(b)の総量が、70重量%~99重量%である、光ファイバ一次被覆組成物である。(b)が存在しない場合、(a)に記載の1つ以上のオリゴマーは、好ましくは少なくとも2個のエチレン性不飽和基を有する。より好ましくは、(b)が存在しない場合、(a)に記載の1つ以上のオリゴマーは、2個のエチレン性不飽和基を有する。

10

【0012】

第1の態様による別の実施形態において、(a)に記載の1つ以上のオリゴマーは、光ファイバ一次被覆組成物中に、0.1重量%超、好ましくは1重量%超、好ましくは5重量%超、好ましくは10重量%超、好ましくは40重量%超の量で、および好ましくは96重量%以下、より好ましくは95重量%以下、より好ましくは90重量%以下、より好ましくは80重量%以下、より好ましくは70重量%以下の量で存在する。さらに他の実施形態において、(ii)中のイソシアネート基の数の(i)中のヒドロキシル基およびチオール基の数に対するモル比は、2/3(約0.67)~1.0の間であるように、2/3以上である。第1の態様の様々な他の実施形態において、(a)に記載の1つ以上のオリゴマーは、様々なウレタン結合、ブロック構造、理論分子量値、末端部分、主鎖タイプ、イソシアネートタイプ、およびヒドロキシル官能性エンドキャップタイプを有する。さらに他の実施形態において、要素(b)~(e)に関するより具体的なタイプが記載される。

20

30

【0013】

本発明の第2の態様は、光ファイバを被覆するための方法であって、ガラス光ファイバを、好ましくはドロータワーを通して線引きすることによって、ガラス光ファイバを提供する工程と；一次被覆組成物をガラス光ファイバの表面上に塗布する工程と；任意に、前記一次被覆組成物を少なくとも部分的に硬化させるのに十分なUV光の線量を付与する工程と；二次被覆組成物を前記一次被覆組成物に塗布する工程と；紫外線を放出して前記一次被覆組成物および前記二次被覆組成物の硬化に影響を与えることができる少なくとも1つの放射線源に前記一次被覆組成物および前記二次被覆組成物を曝露して、光ファイバの表面上に硬化した一次被覆を形成し、硬化した一次被覆の表面上に硬化した二次被覆を形成する工程を含み；ここで、一次被覆組成物は、本発明の第1の態様の実施形態のいずれかによる組成物である、方法である。

40

【0014】

本発明の第3の態様は、被覆された光ファイバであって、ガラスコアおよび前記ガラスコアと接触して前記ガラスコアを取り囲むクラッド層と；被覆部分、前記クラッド層と接触して前記クラッド層を取り囲む一次被覆層をさらに含む前記被覆部分と；前記一次被覆層と接触して前記一次被覆層を取り囲む二次被覆層を備える、被覆された光ファイバである。この第3の態様によれば、一次被覆層は、第1の態様の実施形態のいずれかによる放射線硬化性組成物の硬化生成物であり、一次被覆および二次被覆は、第2の態様の実施形態のいずれかに従って塗布および硬化される。

50

## 【発明を実施するための形態】

## 【0015】

本発明の第一の態様は、一次被覆組成物全体の重量に対して：

(a) 少なくとも0.01重量%の、(i)ヒドロキシ官能性またはチオール官能性主鎖化合物、(ii)イソシアネート化合物、および(iii)エチレン性不飽和部分をさらに含むヒドロキシル官能性エンドキャップの反応生成物である1つ以上のオリゴマーであって、(ii)中のイソシアネート基の数の(i)中のヒドロキシル基およびチオール基の数に対するモル比が、1.0以下である、オリゴマー；

(b) 任意に、(a)以外の1つ以上のウレタン(メタ)アクリレートオリゴマー；

(c) 任意に、反応性希釈剤モノマー；

(d) 光開始剤；

(e) 任意に、1つ以上の添加剤

を含むか、または本質的にそれからなるか、またはそれからなる、

ここで、(a)+(b)の総量が、70重量%~99重量%である、光ファイバ一次被覆組成物である。

(b)が存在しない場合、(a)に記載の1つ以上のオリゴマーは、好ましくは少なくとも2つのエチレン性不飽和基を有する。より好ましくは、(b)が存在しない場合、(a)に記載の1つ以上のオリゴマーは、2つのエチレン性不飽和基を有する。

## 【0016】

したがって、本発明の第1の態様による光ファイバを被覆するための放射線硬化性組成物は、オリゴマー(a)、第2のオリゴマー(b)、反応性希釈剤成分(c)、光開始剤成分(d)、および添加剤成分(e)を含有し得る。以下に記載されるそのような成分は、第1の態様による光ファイバ一次被覆組成物、第2の態様による光ファイバを被覆するための方法において使用される一次被覆組成物、および第3の態様に関連して記載される光ファイバ上に塗布および硬化される組成物を含む、本発明の態様のいずれかによる組成物または配合物において使用され得る。

## 【0017】

驚くべきことに、オリゴマー(a)は、より低い粘度値を有する傾向があることが見出された。驚くべきことに、光ファイバ一次被覆組成物中のそのようなオリゴマーが存在すると、光ファイバ被覆用途での使用に適したまま、光ファイバ一次被覆組成物の揮発分含有量を低下させる能力に有益に寄与し、特に、産業界によって期待されるように、許容可能な粘度および硬化速度ならびにファイバ上の性能を維持することが見出された。

オリゴマー成分

## 【0018】

本発明による放射線硬化性組成物は、オリゴマー成分；すなわち、1つまたは2つ以上の特定の構造またはタイプを有する1つまたは2つ以上の個々のオリゴマーの集合を含む。オリゴマーは、本明細書では中間の相対分子量の分子を意味するために使用され、その構造は、実際にまたは概念的に、より低い相対分子量の分子に由来する複数の単位を含む。本明細書で使用される場合、成分は、好ましくは本明細書の他の箇所に記載されるサイズ排除クロマトグラフィー法(SEC)によって測定されるように、約1キロダルトン(kDa)を超える数平均分子量(Mn)をさらに有する場合、オリゴマーとみなされる。この範囲のMn値を有するオリゴマーは一般に、その低分子量類似体よりも揮発性が低く、したがって、有利には、線引きプロセス中に、一次被覆組成物から光ファイバを取り囲むガラス管に移動する可能性が低いことが、当業者によって理解されるのであろう。

## 【0019】

一実施形態において、オリゴマー成分は、少なくとも1キロダルトン(kDa)、または少なくとも2kDa、または少なくとも3kDa、または少なくとも5kDa、または少なくとも10kDa、または少なくとも20kDa、または少なくとも30kDa、または少なくとも40kDa、または20~150kDa、または20~130kDa、または20~100kDa、または30~80kDa、または35~55kDaのMnを有

10

20

30

40

50

する1つ以上のオリゴマーを含むか、からなるか、またはそれらから本質的になる。他の実施形態によれば、オリゴマー成分は、少なくとも1 kDa、または少なくとも5 kDa、または少なくとも10キロダルトン(kDa)、より好ましくは12 kDa超、より好ましくは15 kDa超、より好ましくは17 kDa超、および／または150 kDa未満、より好ましくは140 kDa未満、より好ましくは130 kDa未満、より好ましくは120 kDa未満、または1～100 kDa、または1～50 kDa、または1～25 kDa、または15～120 kDa、または20～120 kDa、または25～120 kDa、または25～110 kDa、または25～100 kDaの理論分子量(Mn、theo)を有する1つ以上のオリゴマーを含むか、それらからなるか、またはそれらから本質的になる。

10

#### 【0020】

オリゴマー成分は、1つ以上の反応性オリゴマーを含むべきである。本明細書で使用する時、「反応性」は、別の分子と化学反応、好ましくは重合反応を形成する能力を意味する。したがって、反応性化合物は、少なくとも1つの反応性基または官能基を有するとされる。このような反応性基または官能基は、重合性基であることが好ましい。ある程度の非反応性オリゴマーが本発明の特定の実施形態において使用され得るが、反応性オリゴマーの割合が大きいほうが好ましい。一実施形態において、オリゴマー成分は、反応性オリゴマーからなるか、または本質的に反応性オリゴマーからなる。

#### 【0021】

他の実施形態では、反応性オリゴマーは、テレケリックである。本明細書で使用される場合、「テレケリック」は、そのような構成要素(すなわち、本例ではオリゴマー)が、分子内および分子間結合を形成することができる、すべての連鎖末端上に反応性末端基を含むことを意味する。

20

#### 【0022】

本発明による反応性オリゴマー成分は、好ましくは少なくとも1つの重合性基を有する反応性オリゴマーを含むか、それから本質的になるか、またはそれらからなる。好ましい実施形態において、反応性オリゴマー成分は、少なくとも1つの重合性基を有する反応性オリゴマーからなる。重合性基は、任意の公知のタイプであってよい。しかしながら、一実施形態において、重合性基は、アクリレート基もしくはメタクリレート基、またはそれらの任意の組み合わせを含むか、それらから本質的になるか、またはそれらからなることができる。反応性オリゴマーは、好ましくは1つまたは2つ以上の反応性エチレン性二重結合を含有するエチレン性不飽和重合性化合物である。

30

#### 【0023】

重合性基は、反応性オリゴマーの長さに沿った任意の可能な点に存在し得、重合性主鎖基または重合性末端基として存在し得る。重合性主鎖基は、オリゴマーの長さに沿って直鎖に沿って、または直鎖から分岐して存在し、一方、重合性末端基は、オリゴマーの末端に存在する重合性基である。重合性基は例えば、オリゴマーの末端(本明細書では同義語として「終端点」と呼ぶ)において分岐またはフォーク状のパターンなどで、他の重合性基から単独で、または他の重合性基に直接的もしくは間接的に隣接して存在し得る。好ましい実施形態において、重合性基は、重合性末端基を含むか、それから本質的になるか、またはそれらからなる。

40

#### 【0024】

本発明による反応性オリゴマーは、本明細書の他の箇所で特定される定義と一致する任意の公知のタイプのものであり得る。しかしながら、第1の態様によれば、オリゴマー成分は、1つ以上のウレタンオリゴマー、好ましくは反応性ウレタンオリゴマーを含むか、それらからなるか、またはそれらから本質的になる。ウレタンオリゴマーは、少なくとも1つのウレタン基または部分を含み、好ましくは、少なくとも主鎖、重合性基、および主鎖を重合性基に連結するウレタン基を含む。様々な実施形態において、反応性オリゴマーは、0～5個のウレタン基、または4個以上のウレタン基を含有する。特定の実施形態によれば、ウレタンオリゴマーは、(i)ポリオールなどのヒドロキシ官能性またはチオー

50

ル官能性主鎖化合物;(i i)イソシアネート化合物、好ましくはポリイソシアネート；および(i i i)イソシアネート反応性ヒドロキシル官能性エンドキャップ、好ましくは(メタ)アクリレート部分も有する、の反応生成物を含む。好ましい実施形態において、ウレタンオリゴマーは、 $1000\text{ g/mol} \sim 10,000\text{ g/mol}$ 、または $1200\text{ g/mol} \sim 9,000\text{ g/mol}$ のMnを有する。

【0025】

好適なヒドロキシ官能性またはチオール官能性主鎖化合物の例としては、ポリエーテルポリオール、ポリエステルポリオール、ポリカーボネートポリオール、ポリカプロラクトンポリオール、アクリルポリオール、および他のポリオールが挙げられる。これらのポリオールは、単独で用いてもよく、2つ以上を組み合わせ用いてもよい。好ましい実施形態において、ウレタンオリゴマーの主鎖は、ポリエーテルポリオールの反応生成物を含む。一実施形態において、主鎖は、ポリプロピレングリコール(PPG)の反応生成物を含む。本明細書で使用される場合、ポリプロピレングリコールから誘導される化合物は、EO末端封止PPGなどの末端封止PPGを含む。これらのポリオール中の構造単位の重合の様式に特定の制限はない。ランダム重合、ブロック重合、またはグラフト重合のそれぞれが許容される。

10

【0026】

本明細書で使用される場合、ブロックコポリマーは、多くの構成単位を含むオリゴマーまたはポリマーの一部分を意味し、少なくとも1つの構成単位は、隣り合う部分に存在しない特徴を含む。本明細書で使用される場合、モノー、ジー、およびトリブロックコポリマーは、オリゴマー中に存在する特定のブロックの平均量を指す。好ましい実施形態において、特定のブロックは、本明細書の他の箇所に記載されている1つ以上のポリオール、好ましくはポリエーテルポリオールから誘導されるポリエーテルブロックを指す。一実施形態において、モノー、ジー、および／またはトリブロックコポリマーが指すブロックは、本明細書の他の箇所に記載される1つ以上のポリオールから誘導されるポリエーテルブロックである。一実施形態において、モノブロックコポリマーは、ポリエーテルブロックなどの特定のブロックの平均約1単位、または約0.9～1.5未満単位のみを有するコポリマーとして記載され得る。一実施形態において、ジブロックコポリマーは、ポリエーテルブロックなどの特定のブロックの平均約2単位、または少なくとも1.5～2.5未満単位を有するコポリマーとして記載され得る。一実施形態において、トリブロックコポリマーは、ポリエーテルブロックなどの特定のブロックの平均約3単位、または少なくとも2.5～3.5未満単位を有するコポリマーとして記載され得る。所与のオリゴマー中のポリエーテル単位の数、単一のオリゴマーの合成に利用されるポリエーテルポリオール分子の数によって決定され得る。

20

30

【0027】

ポリエーテルポリオールとしては、例えば、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリブチレングリコール-エチレングリコールコポリマー、ポリテトラメチレングリコール、ポリヘキサメチレングリコール、ポリヘプタメチレングリコール、ポリデカメチレングリコール、2つ以上のイオン重合性環状化合物を開環共重合して得られるポリエーテルジオール等が挙げられる。ここで、イオン重合性環状化合物としては、環状エーテル、例えばエチレンオキシド、イソブテンオキシド、テトラヒドロフラン、2-メチルテトラヒドロフラン、3-メチルテトラヒドロフラン、ジオキサン、トリオキサン、テトラオキサン、シクロヘキセンオキシド、スチレンオキシド、エピクロロヒドリン、イソブレンモノオキシド、ビニルオキシタン、ビニルテトラヒドロフラン、ビニルシクロヘキセンオキシド、フェニルグリシジルエーテル、ブチルグリシジルエーテル、およびグリシジルベンゾエートが挙げられる。2つ以上のイオン重合性環状化合物の組み合わせの具体例としては、二元共重合体、例えばテトラヒドロフランと2-メチルテトラヒドロフラン、テトラヒドロフランと3-メチルテトラヒドロフラン、およびテトラヒドロフランとエチレンオキシドを製造するための組み合わせ；および、三元共重合体、例えばテトラヒドロフランと2-メチルテトラヒドロフランとエチレンオキシドとの組み合わせ、

40

50

テトラヒドロフランとブテン-1-オキサイドとエチレンオキサイドとの組み合わせなどを製造するための組み合わせなどが挙げられる。これらのイオン重合性環状化合物の開環共重合体は、ランダム共重合体でもブロック共重合体でもよい。

#### 【0028】

これらのポリエーテルポリオールには、市販品、例えば、PTMG1000、PTMG2000 (Mitsubishi Chemical Corp. 製)、PEG#1000 (Nippon Oil and Fats Co., Ltd. 製)、PTG650 (SN)、PTG1000 (SN)、PTG2000 (SN)、PTG3000、PTGL1000、およびPTGL2000 (Hodogaya Chemical Co., Ltd. 製)、PEG400、PEG600、PEG1000、PEG1500、PEG2000、PEG4000、およびPEG6000 (Daiichi Kogyo Seiyaku Co., Ltd. 製)、P710R、P1010、P2010、および1044 Pluracol (登録商標) Pシリーズ (BASF 製)、PPG725、PPG1000、PPG2000、PPG3000、PPG4000、およびPPG8000を含むAccclaim (登録商標) シリーズおよびAcrol (登録商標)、ならびに2800または4000の分子量を有するPO/EOポリエーテルジオールを含むMultrol Accclaim (登録商標) シリーズ (Covestro 製) が含まれる。さらに、AGC Chemicals は、商標名Preminol (登録商標) でジオール、例えばPreminol S 4013F (Mw12,000)、Preminol 4318F (Mw18,000)、およびPreminol 5001F (Mw4,000) を提供する。

10

20

#### 【0029】

ポリエステルポリオールとしては、多価アルコールと多塩基酸と反応させて得られるポリエステルジオールが挙げられる。多価アルコールとしては、エチレングリコール、ポリエチレングリコール、テトラメチレングリコール、ポリテトラメチレングリコール、1,6-ヘキサンジオール、3-メチル-1,5-ペンタンジオール、1,9-ノナンジオール、2-メチル-1,8-オクタンジオール等が挙げられる。多塩基酸としては、フタル酸、ダイマー酸、イソフタル酸、テレフタル酸、マレイン酸、フマル酸、アジピン酸、セバシン酸等が挙げられる。

#### 【0030】

これらのポリエステルポリオール化合物は、MPD/IPA500、MPD/IPA1000、MPD/IPA2000、MPD/TPA500、MPD/TPA1000、MPD/TPA2000、Kurapol (登録商標) A-1010、A-2010、PNA-2000、PNOA-1010、およびPNOA-2010 (Kuraray Co., Ltd. 製) 等の商品名で市販されている。

30

#### 【0031】

ポリエステルトリオールまたはポリエーテルトリオールなどのトリオールも知られている。本明細書での使用に特に好ましいのは一般式： $A(-O-)_3$ を有するオリゴトリオールであり；式中、Aは、脂肪族、脂環式、芳香族、または複素環式構造などの化学有機構造であり、「 $-O-$ 」は、少し例を挙げると、ポリエーテル鎖、ポリエステル鎖、ポリ炭化水素鎖、またはポリシロキサン鎖などのオリゴマー鎖であり、および「OH」は、末端ヒドロキシ基である。一実施形態において、トリオールは、ポリエーテルトリオール、POホモポリマー、PEホモポリマー、PO-EOブロックコポリマー、ランダムコポリマーまたはハイブリッドブロックランダムコポリマーを含むか、それらからなるか、またはそれらから本質的になる。実際には、ポリエーテルトリオールは、グリセロールまたはトリメチロールプロパン、PO、EOまたは末端ブロックまたは内部ブロック上にEOがあり、および500~15,000ダルトンのMWを有するPOおよびEOコポリマーをベースにすることができる。別のタイプのポリエーテルトリオールは、グリセロールまたはトリメチロールプロパンをベースにするコポリマー、例えばTHF-PO、THF-EO、THF-PO-EOまたはTHF-EO-POであり、約500~15

40

50

、000 g/molの分子量を有する。一実施形態において、トリオールがある種の植物油および脂肪などのバイオベースまたは天然の反応物に由来する。

【0032】

好適なトリオールの商業的例としては、GP-1000、GP-1500、GP-1500-60、GP-3000、GP-4000、GP-5017、GP-5017-60、GP-5171、GP-6015、GP-6015-60、GP-6037-60、およびGP-700などのCarpol（登録商標）GP表示でCarpenterから入手可能な関連するプロピレンオキシド系ポリエーテルトリオールが挙げられる。さらなるトリオールは、CovestroからArcol（登録商標）のブランドで、Arcol LHT-240（メーカーが発表している分子量「Mw」は約700 g/mol）、Arcol LHT-112（Mw 1500 g/mol）、Arcol LHT LG-56（Mw 3000 g/mol）、およびArcol LHT-42（Mw 4200 g/mol）、Multranol（登録商標）の商標名で、例えばMultranol 9199（Mw 4525 g/mol）、Multranol 3900（Mw 4800 g/mol）、Multranol 3901（Mw 6000 g/mol）、およびMultranol 9139（Mw 6000 g/mol）、ならびに商品名Accclaim（登録商標）で、例えばAccclaim 703（Mw 700 g/mol）、Accclaim 3300N（Mw 3000 g/mol）、Accclaim 6300（Mw 6000 g/mol）、およびAccclaim 6320（Mw 6000 g/mol）が市販されている。さらに、AGC Chemicalsは、商品名Preminol（登録商標）で、例えばPreminol S 3011（Mw 10,000 g/mol）、Preminol 7001K（Mw 7,000 g/mol）、およびPreminol 7012（Mw 10,000 g/mol）のトリオールを提供する。

10

20

【0033】

ヒドロキシルまたはチオール官能性主鎖化合物（それぞれOHおよびSH）中に存在するR-H基の数に固有の制限はないが、好ましくは、ヒドロキシルまたはチオール官能性主鎖化合物は、4個以下のR-H基を有する。好ましい実施形態において、(i)は、少なくとも2個のヒドロキシル基、または少なくとも3個のヒドロキシル基、または4個のヒドロキシル基を有するヒドロキシル官能性主鎖化合物を含む。

【0034】

これらのポリオールのヒドロキシル価に由来する理論分子量は、通常、約50 g/mol～約15,000 g/mol、好ましくは約500～12,000 g/mol、または約1,000～約8,000 g/molである。

30

【0035】

ポリオールなどのヒドロキシ官能性化合物に加えて、チオール官能性化合物も(i)として使用することができる。好適なチオール官能性化合物は、周知の方法によって好適なヒドロキシル官能性化合物から調製することができる。

【0036】

好ましい実施形態において、(i)は、ヒドロキシル官能性主鎖化合物を含むか、それからなるか、またはそれから本質的になる。一実施形態において、ヒドロキシル官能性主鎖化合物は、ポリエーテル、ポリエステル、ポリブタジエン、ポリカーボネート、またはシリコン部分を含む。

40

【0037】

反応性ウレタンオリゴマーはまた、好ましくは、(ii)（ポリ）イソシアネート化合物の反応生成物を含む。（ポリ）イソシアネート化合物、好ましくはジイソシアネート化合物の反応生成物を利用して、本発明の第1の態様による反応性ウレタンオリゴマー中にウレタン基または部分を生成することができる。本明細書で使用する時、イソシアネート化合物は、1分子当たり少なくとも1つのイソシアネート基を有する任意の有機化合物として定義される。好適なイソシアネートの例としては、ジイソシアネート、例えば、2,4-トリレンジイソシアネート、2,6-トリレンジイソシアネート、（水素化）キシ

50

リレンジイソシアネート、1, 3-キシリレンジイソシアネート、1, 4-キシリレンジイソシアネート、1, 5-ナフタレンジイソシアネート、m-フェニレンジイソシアネート、p-フェニレンジイソシアネート、3, 3'-ジメチル-4, 4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、4, 4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、3, 3'-ジメチルフェニレンジイソシアネート、4, 4'-ビフェニレンジイソシアネート、1, 6-ヘキサレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、メチレンビス(4-シクロヘキシルイソシアネート)、2, 2, 4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、2, 4, 4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、2, 4-および/または4, 4'-メチレンジシクロヘキシルジイソシアネート、メチレンジフェニルジイソシアネート、テトラメチルキシレンジイソシアネート、1, 5-ペンタレンジイソシアネート、ビス(2-イソシアナト-エチル)フマレート、6-イソプロピル-1, 3-フェニルジイソシアネート、4-ジフェニルプロパンジイソシアネート、水素化ジフェニルメタンジイソシアネート、水素化キシリレンジイソシアネート、テトラメチルキシリレンジイソシアネート、およびリシンイソシアネートなどが挙げられる。

10

#### 【0038】

これらのジイソシアネート化合物は、単独で用いてもよく、2つ以上を組み合わせて用いてもよい。好ましいジイソシアネートは、イソホロンジイソシアネート、2, 2, 4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、2, 4, 4-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネートおよびヘキサメチレンジイソシアネート、2, 4-トリレンジイソシアネートおよび2, 6-トリレンジイソシアネートである。

20

#### 【0039】

本明細書で使用する時、「ポリイソシアネート」は、イソシアネート化合物が1分子当たり2つ以上のイソシアネート部分を有することを示す。一実施形態において、オリゴマー成分は、1つ以上のポリイソシアネートの反応生成物であるウレタンオリゴマーを含むか、本質的にそれからなるか、またはそれからなる。上記のジイソシアネートに加えて、1分子当たり3個のイソシアネート基を有するポリイソシアネート、すなわちトリイソシアネートも使用することができる。公知のトリイソシアネートとしてはヘキサメチレンジイソシアネート(HDI)またはHDI三量体から製造されるビウレットが挙げられ、これらはCovestroからDesmodur(登録商標)の商品名で市販されており、これらには限定されないが、Desmodur N 3200、Desmodur N 3300、Desmodur N 3390、Desmodur N 3600、Desmodur N 3800、Desmodur N 3900、Desmodur XP 2580、Desmodur XP 2599、Desmodur XP 2675、Desmodur XP 2731、Desmodur XP 2714およびDesmodur XP 2803が挙げられる。

30

#### 【0040】

さらなる市販のトリイソシアネートとしては、Evonikから入手可能な、2k系のポリイソシアネート架橋剤のVestanat(登録商標)T(IPDI-トリマー)およびHT(HDI-トリマー)系が挙げられる。

#### 【0041】

反応性ウレタンオリゴマーはまた、好ましくは、(iii)ヒドロキシル官能性エンドキャップの反応生成物を含む。(iii)に記載の化合物は、好ましくは(ii)からのイソシアネート化合物と反応性である。好ましくは、ウレタンオリゴマーは、(iii)としてエチレン性不飽和部分を有するイソシアネート反応性化合物の反応生成物も含む。好ましくは、エチレン性不飽和部分は、(メタ)アクリレート部分である。モノマーおよびオリゴマーを含む任意の好適な(メタ)アクリレートを使用することができるが、(メタ)アクリレートモノマーが好ましい。そのようなイソシアネート反応性(メタ)アクリレートは、好ましくはヒドロキシル基含有(メタ)アクリレート化合物を含み、そのような化合物は、(ii)のポリイソシアネートを含むイソシアネートと反応性であることが知られている。ヒドロキシル基含有(メタ)アクリレートの例としては(メタ)アクリ

40

50

ル酸およびエポキシから誘導される（メタ）アクリレート、ならびにアルキレンオキシドを含む（メタ）アクリレート、より具体的には、2-ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、2-ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピル（メタ）アクリレート、およびヒドロキシエチルカプロラクトンアクリレート、エトキシ化トリメチロールプロパンジアクリレート、グリセロールジ（メタ）アクリレート、およびグリセロールアクリレートメタクリレート（すなわち、3-（アクリロイルオキシ）-2-ヒドロキシプロピルメタクリレート）が挙げられる。好ましい実施形態において、（iii）は、ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、2-ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、3-ヒドロキシプロピル（メタ）アクリレート、4-ヒドロキシブチル（メタ）アクリレート、カプロラクトン（メタ）アクリレート、グリセロールアクリレートメタクリレート、グリセロールジ（メタ）アクリレート、またはそれらの組み合わせを含むか、それらから本質的になるか、またはそれらからなる。

10

#### 【0042】

ヒドロキシル官能性エンドキャッパー（iii）は、好ましくは1または2個のエチレン性不飽和部分をさらに含み、より好ましくは、（iii）ヒドロキシル官能性エンドキャッパーは、さらに1個のエチレン性不飽和部分を含む。（iii）に記載の化合物は、1分子当たり2個以上のヒドロキシル基を有し得る。

#### 【0043】

ウレタンオリゴマーを生成するために使用される成分の反応において、1つ以上のウレタン化触媒も好ましく使用される。そのような触媒としては、一例として、ナフテン酸銅、ナフテン酸コバルト、ナフテン酸亜鉛、ビスマス、ジ-n-ブチルスズジラウレート、トリエチレンアミン、およびトリエチレンジアミン-2-メチルトリエチレンアミンが挙げられる。触媒は、任意の適切な量、または例えば、反応物の総量の約0.01～約1重量%でを使用することができる。反応は、約10～約90℃、好ましくは約30～約80℃の温度などの任意の好適な温度で行うことができる。

20

#### 【0044】

一実施形態において、組成物または配合物は、（i）としての単一のPPGジオール；（ii）としての単一のジイソシアネート化合物；および（iii）としてのヒドロキシル官能性（メタ）アクリレート化合物の反応生成物をさらに含む少なくとも1つのオリゴマーを含む。

30

#### 【0045】

オリゴマー（a）反応物（i）、（ii）、および（iii）は、所定の比率で選択され、構成される。組成物は、（ii）中のイソシアネート基の数の（i）中のヒドロキシル基およびチオール基の数に対するモル比が1.0以下である少なくとも1つのオリゴマー（a）を含む。1つ以上のオリゴマー（a）は、（iii）エチレン性不飽和部分をさらに含むヒドロキシル官能性エンドキャッパー、（ii）イソシアネート化合物、および（i）ヒドロキシ官能性またはチオール官能性主鎖化合物の反応生成物であり、（ii）中のイソシアネート基のモル量は、（i）中のヒドロキシル基およびチオール基のモル量以下である。したがって、（a）に記載のオリゴマーは、3つの成分（iii）、（ii）および（i）すべての反応生成物であるので、1つ以上のオリゴマー（a）は、ヒドロキシ官能性またはチオール官能性である。一実施形態において、組成物は、（ii）中のイソシアネート基の数の（i）中のヒドロキシル基およびチオール基の数に対するモル比が2:3以上1.0以下である少なくとも1つのオリゴマー（a）を含む。したがって、特定の実施形態において、組成物は、好ましくは約0.67～1.0の、または1に等しい前述のモル比を有する少なくとも1つのオリゴマー（a）を有する。驚くべきことに、本発明者らは、このように構成されたオリゴマー（本明細書に明記される要件および好ましさ以外の点では従う）が、より低い粘度値を有する傾向があることを発見した。このようなオリゴマーを使用すると、大量の揮発性希釈剤の必要性が最小限に抑えられる傾向があり、それによって全体の組成物に大量に含められるため、これは有用である。

40

#### 【0046】

50

したがって、一実施形態において、組成物または配合物は、 $15 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 未満、または $12$ 未満、または $10 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 未満、または $1 \sim 15 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 、または $2 \sim 12 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 、または $3 \sim 10 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ の粘度を有する少なくとも1つのオリゴマーを含み、ここで、粘度は $25^\circ\text{C}$ および $2500 \text{ s}^{-1}$ のせん断速度で測定される。

【0047】

第1の態様の様々なオリゴマーは、広範囲の官能性を有するように構成され得る。一実施形態において、少なくとも1つの単官能性オリゴマーが利用される。本明細書で使用される場合、「単官能性」は例えば、核磁気共鳴分光法（NMR）法によって決定される、1分子当たり $0.5 \sim 1.4$ 個の間の重合性基を有することを意味する。

【0048】

一実施形態において、二官能性オリゴマーおよび／または三官能性オリゴマーを追加的にまたは代替的に使用することができる。本明細書中で使用される場合、「二官能性」は、例えばNMR法によって決定される場合、1分子当たり $1.95 \sim 2.05$ 個の間の重合性基を有することを意味する。同様に、「三官能性」は、本明細書において使用され、1分子当たり平均 $2.95 \sim 3.05$ 個の重合性基を意味する。好ましい実施形態において、オリゴマー成分は、 $1.5 \sim 4.2$ 、または $1.8 \sim 3.8$ 、または $1.8 \sim 3.2$ 、または $1.8 \sim 2.8$ の平均（メタ）アクリレート官能価を有する1つ以上の反応性ウレタンオリゴマーを含むか、それから本質的になるか、またはそれからなる。一実施形態において、オリゴマー成分の平均（メタ）アクリレート官能価は、 $1.5 \sim 4.2$ 、または $1.8 \sim 3.8$ 、または $1.8 \sim 3.2$ 、または $1.8 \sim 2.8$ である。

【0049】

好ましい実施形態において、組成物または配合物は、光ファイバー一次被覆として使用するための適切な架橋を促進するために二官能性またはそれ以上である少なくとも1つのオリゴマーを含有する。さらなる実施形態において、組成物または配合物は、異なる官能性を有する異なるオリゴマーの混合物、例えば、少なくとも1つの単官能性オリゴマーおよび少なくとも1つの二官能性オリゴマー、または少なくとも1つの単官能性オリゴマーおよび少なくとも1つの三官能性オリゴマー、または少なくとも1つの単官能性オリゴマー、少なくとも1つの二官能性オリゴマー、および少なくとも1つの三官能性オリゴマーを含有する。もちろん、本発明が適用される他の組み合わせも当業者によって想定され得る。

【0050】

第1の態様の多くの実施形態によれば、組成物または配合物は、1つより多いオリゴマーを含有する。第1の態様の実施形態において、光ファイバー一次被覆組成物は、(a) (i) ヒドロキシ官能性またはチオール官能性主鎖化合物、(ii) イソシアネート化合物、および(iii) エチレン性不飽和部分をさらに含むヒドロキシ官能性エンドキャップの反応生成物である1つ以上のオリゴマーを含み、これにより、(ii)の(i)に対するモル比は上記のように $1.0$ 以下であり、任意に、(b)、(a)で言及されるものの以外の1つ以上のウレタン（メタ）アクリレートオリゴマーも含む。第1の態様の実施形態において、(a)に記載の1つ以上のオリゴマーは、 $20$ 重量%以上、または $30$ 重量%以上、 $40$ 重量%以上、および $95$ 重量%以下、または $90$ 重量%以下、または $80$ 重量%以下、または $70$ 重量%以下など、関連する組成物全体に対して大量に存在する。光ファイバー一次被覆組成物がオリゴマー(b)を含まず、光ファイバー一次被覆組成物中に存在する1つ以上のオリゴマー(a)が重合性基に関して単官能性である場合、当業者は、1つ以上の反応性希釈剤モノマー(c)が存在する必要があるとあり、光ファイバー一次被覆組成物がネットワークを形成することを可能にするために、(c)の少なくとも一部が重合性基に関して少なくとも二官能性である必要があることを理解するのであろう。光ファイバー一次被覆組成物がオリゴマー(b)を含まず、反応性希釈剤モノマー(c)を含まないか、または1つ以上の反応性希釈剤モノマー(c)が重合性基に関して単官能性である場合、当業者は、光ファイバー一次被覆組成物がネットワークを形成することを可能にするためには、1つ以上のオリゴマー(a)の少なくとも一部が、少なくとも二官能性である必要

があることを理解するのであろう。

【0051】

1つ以上のオリゴマー（a）は、組成物全体にそのような多量に組み込まれるので、好ましくは光ファイバ被覆用途において十分な加工を可能にするのに十分に低い粘度を有するように構成される。上述のように、（ii）の（i）に対する前述のモル比は、オリゴマー（a）のこの特性に有益に寄与し得る。代替的にまたは追加的に、1つ以上のオリゴマー（a）中に存在するウレタン結合の総数もまた、それに有益に寄与し得る。したがって、一実施形態において、（a）に記載のオリゴマーは、1分子当たり1.8～2.2個のウレタン結合を有する。第三に、本発明者らは驚くべきことに、一末端においてヒドロキシル基またはチオール基で終端されるようにオリゴマーを構成することによって、十分に低い粘度を有するオリゴマーを得ることができることを発見した。

10

【0052】

第1の態様の他の実施形態において、オリゴマー（b）は、好ましくは、関連する組成物全体に対して29.95重量%以下の量で存在する。オリゴマー（b）はまた、（i）ヒドロキシ官能性主鎖化合物、（ii）イソシアネート化合物、および（iii）ヒドロキシ官能性エンドキャップの反応生成物を含んでもよい。しかしながら、オリゴマー（a）とは対照的に、特定の実施形態によれば、オリゴマー（b）は、ウレタン（メタ）アクリレートオリゴマー（b）において、（ii）中のイソシアネート基の数の（i）中のヒドロキシル基の数に対するモル比が1.0超、または約1.5～約2.0である。

【0053】

第1の態様の実施形態によれば、光ファイバ一次コーティング組成物中のアクリレート基の濃度および／または光ファイバ一次コーティング組成物中のウレタン基の濃度および／または光ファイバ一次コーティング組成物中に存在するオリゴマー中のアクリレート基の濃度は、光ファイバ一次コーティング組成物の揮発物含有量を低下させる能力に有益に寄与し得るが、それでも光ファイバコーティング用途での使用に適しており、特に、産業界によって期待されるように、許容可能な粘度および硬化速度およびファイバ上の性能を維持し、特に、硬化速度（低T30%によって測定される、弾性率最大値、特に1.2秒未満、より好ましくは1.0秒未満のもの）、低弾性率（低G'値によって測定される、特に600kPa未満、より好ましくは500kPa未満、より好ましくは400kPa未満、より好ましくは300kPa未満のもの）、および／または低粘度（特に9パスカル秒未満、より好ましくは5パスカル秒未満のもの）に関する。アクリレート基の濃度は、関連する組成物全体に対して、好ましくは2.50mol/kg以下、より好ましくは2.00mol/kg以下、より好ましくは1.50mol/kg以下、より好ましくは1.20mol/kg以下、より好ましくは1.00mol/kg以下、より好ましくは0.80mol/kg以下である。ウレタン基の濃度は、全ての関連する組成物に対して、好ましくは0.20mol/kg以上、または0.25mol/kg以上、または0.30mol/kg以上、または0.31mol/kg以上、または0.35mol/kg以上、または0.40mol/kg以上、または0.45mol/kg以上、または0.50mol/kg以上、好ましくは1.5mol/kg未満、または0.90mol/kg以下、好ましくは0.70mol/kg以下である。本明細書で使用する時、アクリレート基の濃度およびウレタン基の濃度は、成分の仕込み比からの計算によって決定される。オリゴマー（a）および（b）に存在するアクリレート基の総濃度は、好ましくは0.05mol/kgオリゴマー（a）+（b）および0.80mol/kgオリゴマー（a）+（b）以下、または0.70mol/kgオリゴマー（a）+（b）以下、または0.60mol/kgオリゴマー（a）+（b）以下、または0.50mol/kgオリゴマー（a）+（b）以下、または0.40mol/kgオリゴマー（a）+（b）以下、または0.30mol/kgオリゴマー（a）+（b）以下、または0.28mol/kgオリゴマー（a）+（b）以下である。

20

30

40

【0054】

第1の態様に含まれるかどうかにかかわらず、全オリゴマー含有量（（a）単独である

50

か、または存在する場合には（b）も含むかどうかにかかわらず）は、そのようなオリゴマーまたは複数のオリゴマーが関連する組成物全体の重量に対して、非常に高いことが好ましい。一実施形態において、オリゴマーは、組成物全体の重量に対して、少なくとも70重量%、または少なくとも80重量%、または少なくとも90重量%、または少なくとも95重量%、または少なくとも98重量%の量で存在する。好ましくは、（a）および（b）によるオリゴマーは、組成物全体の重量に対して、80重量%以上96重量%以下の量で存在する。

反応性希釈剤成分（c）

【0055】

本発明の第1の態様による組成物はまた、希釈剤成分（c）；すなわち、1つ以上の特定の構造またはタイプを有する1つ以上の個々の希釈剤の集合体を含む。本明細書で使用される場合、「希釈剤」は、それが添加される、またはそれが関連する、より大きな組成物の粘性を低下させる物質を意味する。様々な希釈剤が、それらが関連する光ファイバ被覆組成物の流動性、ひいては加工性を最大にするために使用される。

【0056】

それに関連する組成物の硬化性を最大にするために、希釈剤成分は、好ましくは反応性希釈剤を含むか、それからなるか、またはそれから本質的になる。本明細書の他の箇所に記載されるオリゴマー構成要素の適格性に関して特定されるように、「反応性」は、別の分子と化学反応、好ましくは重合反応を形成する能力を意味する。したがって、反応性化合物は、少なくとも1つの反応性または官能基を有すると言われる。このような反応性または官能基は、重合性基であることが好ましい。

【0057】

希釈剤成分は、反応性希釈剤モノマーを含むか、それからなるか、またはそれから本質的になることがさらに好ましい。モノマーは、低相対分子量の分子であり、その構造は重合を受けることができ、それによって、高分子の必須構造に寄与する構成単位である。本明細書で使用される場合、成分は、約1000 g/mol未満の数平均分子量（Mn）をさらに有する場合、モノマーとみなされる。一実施形態において、反応性希釈剤成分は、NMR法によって測定して、約86 g/mol（アクリル酸メチルのモル質量）～750 g/mol、または100 g/mol～350 g/molのMnを有する1つ以上の反応性希釈剤モノマーからなる。実施形態において、反応性希釈剤は、500 g/mol未満のMnを有する。

【0058】

本発明による希釈剤成分は、少なくとも1つの重合性基を有する反応性希釈剤モノマーを含むか、それから本質的になるか、またはそれからなる。好ましい実施形態において、反応性希釈剤モノマー成分は、平均して1つの重合性基を有する反応性希釈剤モノマーからなる。反応性希釈剤モノマーの重合性基は、好ましくは関連する反応性オリゴマー成分中に存在する重合性基と（共）重合することができる。

【0059】

反応性希釈剤の重合性基は、任意の公知のタイプであってよい。しかしながら、一実施形態において、重合性基は、アクリレート基、アクリルアミド基、もしくはN-ビニルアミド基、またはそれらの任意の組み合わせを含むか、それらから本質的になるか、またはそれらからなることができる。反応性希釈剤は、好ましくは少なくとも1つの反応性オレフィン二重結合を含有するエチレン性不飽和重合性化合物である。

【0060】

重合性基は、反応性希釈剤の長さに沿った任意の可能な位置に存在してもよい。しかしながら、好ましい実施形態において、重合性基は、重合性末端基を含むか、それから本質的になるか、またはそれからなる。

【0061】

本発明による希釈剤成分は、本明細書の他の箇所で特定される定義と一致する任意の既知のタイプの化合物または物質を含むことができる。しかしながら、好ましい実施形態に

10

20

30

40

50

において、希釈剤成分は、1つの二重結合を含有する1つ以上の反応性希釈剤モノマーを含むか、本質的にそれからなるか、またはそれからなる。

【0062】

1つの二重結合を含むそのような反応性希釈剤モノマーの典型的な例は、アルキルまたはヒドロキシアルキルアクリレート、例えば、メチル、エチル、ブチル、2-フェノキシエチル、2-エチルヘキシル、および2-ヒドロキシエチルアクリレート、イソボルニルアクリレート、メチルおよびエチルアクリレート、ラウリルアクリレート、エトキシ化ノニルフェノールアクリレート、およびジエチレングリコール-エチルヘキシルアシレート (DEGEHA) である。これらのモノマーのさらなる例は、アクリロニトリル、アクリルアミド、N-置換アクリルアミド、ビニルエステル、例えば酢酸ビニル、スチレン、アルキルスチレン、ハロスチレン、N-ビニルピロリドン、N-ビニルアミド、例えばN-ビニルカプロラクタム、塩化ビニルおよび塩化ビニリデンである。2つ以上の二重結合を含有するモノマーの例は、エチレングリコールジアクリレート、プロピレングリコールジアクリレート、トリプロピレングリコールジアクリレート、ネオペンチルグリコールジアクリレート、ヘキサメチレングリコールジアクリレート、ビスフェノールAジアクリレート、4,4'-ビス(2-アクリロイルオキシエトキシ)ジフェニルプロパン、トリメチロールプロパントリアクリレート、ペンタエリスリトールトリアクリレートおよびテトラアクリレート、ならびにビニルアクリレートである。

10

【0063】

好ましい実施形態において、使用される場合、成分(c)は、2-エチルヘキシルアクリレート、2-フェノキシエチルアクリレート、2-(2-エトキシエトキシ)エチルアクリレート、n-ビニルピロリドン、ジメチルアクリルアミド、n-ビニルカプロラクタム、エトキシ化2-フェノキシエチルアクリレート、4-ヒドロキシブチルアクリレート、ラウリルアクリレート、イソボルニルアクリレート、カプロラクトンアクリレート、エトキシ化ノニルフェノールアクリレート、トリデシルアクリレート、もしくはイソデシルアクリレート、またはそれらの組み合わせを含む。

20

【0064】

好ましい実施形態において、希釈剤成分は、1つ以上の単官能性希釈剤モノマーを含むか、本質的にそれからなるか、またはそれからなる。好ましい実施形態において、希釈剤成分は、(メタ)アクリルモノマーなどの官能性モノマーを含むか、それらからなるか、またはそれらから本質的になる。

30

【0065】

前述の希釈剤のうちの1つ以上は、本発明が適用される技術分野において周知の方法に従って、使用される光ファイバ被覆プロセスに好適な関連する配合物の粘度を調整するために、任意の好適な量で本発明による組成物に使用することができ、単独で、または本明細書に列挙されるタイプのうちの1つ以上の組み合わせで選択することができる。

【0066】

しかしながら、様々な好ましい実施形態において、組成物または配合物中に存在する低分子量成分の量を最小限にすることが望ましい。これは、そのような成分がそれらのより高い分子量のオリゴマー類似体よりも本質的により揮発性であり、塗布中に液体組成物から蒸発または分離するより大きな傾向を有するからである。そのような問題は、組成物が光ファイバ上への高速塗布および処理中に経験されるような、より高い温度に曝露され、維持される状況において特に深刻である。光ファイバ硬化プロセス中の揮発性物質の蒸発は、そのような揮発性成分が後にファイバ被覆プロセスが行われる管の内面上に凝縮または凝集するので、非常に望ましくない。より多くの成分が管表面上に付着することにつれて、それらは、光の一部が管表面に到達するのを妨げるので、光ファイバ被覆組成物を効率的に硬化させる放射源の能力を必然的に阻害する。これに加えて、そのような揮発性物質はチューブの内面を固めてしまうため、より頻繁に不便なプロセス停止洗浄操作を必要とする。本発明者らは驚くべきことに、上述のオリゴマー(a)および(b)を含むことなどによって、本明細書に規定されるタイプの組成物または配合物を構築することによっ

40

50

て、組成物中に存在する反応性希釈剤の量を低減することが可能であり、それでもなお十分な硬化速度、加工性、およびファイバ上の性能を維持することが可能であることを発見した。

#### 【0067】

したがって、好ましい実施形態において、成分(c)は、それが関連する組成物または配合物の全重量に対して、30重量%未満、または29.95重量%以下、または20重量%未満、または10重量%未満、または5重量%未満、または2重量%未満の量で存在する。さらに他の好ましい実施形態において、成分(c)は、組成物または製剤中に全く存在しない。

光開始剤成分(d)

#### 【0068】

第1の態様によれば、組成物および／または配合物は、好ましくは光開始剤成分；すなわち、1つ以上の特定の構造またはタイプを有する1つ以上の個々の光開始剤の集合体を含む。光開始剤は、光の作用または光の作用と増感色素の電子励起との間の相乗作用によって化学的に変化して、ラジカル、酸、および塩基のうちの少なくとも1つを生成する化合物である。周知のタイプの光開始剤としては、カチオン性光開始剤およびフリーラジカル光開始剤が挙げられる。本発明の一実施形態によれば、光開始剤は、フリーラジカル光開始剤である。

#### 【0069】

一実施形態において、光開始剤成分は、1つ以上のアシルホスフィンオキシド光開始剤を含むか、それからなるか、またはそれから本質的になる。アシルホスフィンオキシド光開始剤は公知であり、例えば米国特許第4324744号、4737593号、5942290号、5534559号、6020529号、6486228号、および6486226号に開示されている。光開始剤成分に使用するための好ましいタイプのアシルホスフィンオキシド光開始剤としては、ビスアシルホスフィンオキシド(BAPO)またはモノアシルホスフィンオキシド(MAPO)が挙げられる。より具体的には、2,4,6-トリメチルベンゾイルエトキシフェニルホスフィンオキシド(CAS番号84434-11-7)または2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキシド(CAS番号127090-72-6)が挙げられる。

#### 【0070】

光開始剤成分はまた、 $\alpha$ -ヒドロキシケトン光開始剤を任意に含むか、それからなるか、またはそれから本質的になることができる。例えば、好適な $\alpha$ -ヒドロキシケトン光開始剤は、 $\alpha$ -ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパノン、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-(4-イソプロピルフェニル)プロパノン、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-(4-ドデシルフェニル)プロパノン、2-ヒドロキシ-1-{4-[4-(2-ヒドロキシ-2-メチル-プロピオニル)-ベンジル]-フェニル}-2-メチル-プロパン-1-オンおよび2-ヒドロキシ-2-メチル-1-[(2-ヒドロキシエトキシ)フェニル]プロパノンである。

#### 【0071】

別の実施形態において、光開始剤成分は、 $\alpha$ -アミノケトン類、例えば2-メチル-1-[4-(メチルチオ)フェニル]-2-(4-モルホリニル)-1-プロパノン、2-ベンジル-2-(ジメチルアミノ)-1-[4-(4-モルホリニル)フェニル]-1-ブタノン、2-(4-メチルベンジル)-2-(ジメチルアミノ)-1-[4-(4-モルホリニル)フェニル]-1-ブタノンまたは2-ベンジル-2-(ジメチルアミノ)-1-[3,4-ジメトキシフェニル]-1-ブタノン；ベンゾフェノン類、例えば、ベンゾフェノン、2,4,6-トリメチルベンゾフェノン、4-メチルベンゾフェノン、2-メチルベンゾフェノン、2-メトキシカルボニルベンゾフェノン、4,4'-ビス(クロロメチル)-ベンゾフェノン、4-クロロベンゾフェノン、4-フェニルベンゾフェノン、4,4'-ビス(ジメチルアミノ)-ベンゾフェノン、4,4'-ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノン、2-ベンゾイル安息香酸メチル、3,3'-ジメチル-4-メトキシベ

10

20

30

40

50

ンゾフェノン、4-(4-メチルフェニルチオ)ベンゾフェノン、2,4,6-トリメチル-4'-フェニル-ベンゾフェノンまたは3-メチル-4'-フェニル-ベンゾフェノン；ケタール化合物、例えば、2,2-ジメトキシ-1,2-ジフェニル-エタノン；および単量体または二量体フェニルグリオキシル酸エステル、例えば、メチルフェニルグリオキシル酸エステル、例えば5,5'-オキソジ(エチレンオキシジカルボニルフェニル)または1,2-(ベンゾイルカルボキシ)エタンを含むか、それからなるか、またはそれから本質的になる。

#### 【0072】

光開始剤成分に使用するのにさらに好適な光開始剤としては、オキシムエステル類、例えば、米国特許第6,596,445号に開示されているものが挙げられる。光開始剤成分に使用するのに好適な光開始剤のさらに別のクラスとしては、例えばフェニルグリオキサレート類、例えば米国特許第6,048,660号に開示されているものが挙げられる。

10

#### 【0073】

別の実施形態において、光開始剤成分は、本明細書で上述されていない1つ以上のアルキル-、アリール-、またはアシル-置換化合物を含むか、それらからなるか、またはそれらから本質的になることができる。

#### 【0074】

別の実施形態によれば、組成物は、アルキル-、アリール-、またはアシル-置換化合物である光開始剤を含有することができる。一実施形態において、アルキル-、アリール-、またはアシル-置換光開始剤は、炭素(第14族)基中の原子を有するか、またはその原子を中心とする。このような場合、(放射線の吸収を介して)励起すると、光開始剤化合物中に存在する第14族原子がラジカルを形成する。したがって、そのような化合物は、ケイ素、ゲルマニウム、スズ、および鉛からなる群から選択される原子を有するか、またはそれを中心とするラジカルを生成し得る。一実施形態において、アルキル-、アリール-、またはアシル-置換光開始剤は、アシルゲルマニウム化合物である。そのような光開始剤は、Covestro(Netherlands)B.V.に譲渡されたUS9708442に記載されており、その全体が参照により本明細書に組み込まれる。既知の具体的アシルゲルマニウム光開始剤としては、ベンゾイルトリメチルゲルマン(BTG)、テトラアシルゲルマニウム、またはビスアシルゲルマノイル(Ivoclar Vivadent AG, 9494 Schaan/LiechtensteinからIvocerin(登録商標)として市販されている)が挙げられる。

20

30

#### 【0075】

本発明による光開始剤は、単独で、またはブレンドとして1つ以上の組み合わせで 사용할ことができる。好適な光開始剤ブレンドは、例えば、米国特許第6,020,528号および米国特許出願番号60/498,848号に開示されている。一実施形態によれば、光開始剤成分は、例えば、ビス(2,4,6-トリメチルベンゾイル)フェニルホスフィンオキシド(CAS番号162881-26-7)および2,4,6-トリメチルベンゾイルエトキシフェニルホスフィンオキシド(CAS番号84434-11-7)の、約1:11、1:10、1:9、1:8または1:7の重量比での光開始剤ブレンドを含む。

40

#### 【0076】

別の特に好適な光開始剤ブレンドは、ビス(2,4,6-トリメチルベンゾイル)フェニルホスフィンオキシド、2,4,6-トリメチルベンゾイルエトキシフェニルホスフィンオキシドおよび2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニル-1-プロパノン(CAS番号7473-98-5)の、例えば、約3:1:15または3:1:16または4:1:15または4:1:16の重量比での混合物である。別の好適な光開始剤ブレンドは、ビス(2,4,6-トリメチルベンゾイル)フェニルホスフィンオキシドと2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニル-1-プロパノンとの、例えば約1:3、1:4または1:5の重量比での混合物である。

50

## 【0077】

前述の光開始剤のうちの1つ以上は任意の好適な量で、本発明の第1の態様による組成物中の光開始剤成分における使用のために使用することができ、単独で、または本明細書に列挙されるタイプのうちの1つ以上の組み合わせで選択することができる。好ましい実施形態において、光開始剤成分は、フリーラジカル光開始剤を含むか、それからなるか、またはそれから本質的になる。一実施形態において、光開始剤成分は、組成物の全重量に対して、約0.1重量%～約10重量%、または約0.1重量%～約5重量%、または約1重量%～約5重量%、または約0.04重量%～約8重量%の量で存在する。

添加剤(e)

## 【0078】

本発明の第1の態様による組成物および／または配合物は任意に、添加剤成分；すなわち、1つ以上の特定の構造またはタイプを有する1つ以上の個別の添加剤の集合体を含む。添加剤はまた、典型的には、ガラス光ファイバへの改善された接着性、改善された貯蔵寿命、改善された被覆酸化および加水分解安定性などの特定の望ましい特性を達成するために、光ファイバ被覆に添加される。多くの異なるタイプの望ましい添加剤が存在し、本明細書で論じられる本発明は、これらによって限定されることを意図しておらず、それにもかかわらず、それらは望ましい効果を有するので、想定される実施形態に含まれる。

## 【0079】

添加剤成分に使用するための添加剤の例としては、早期重合を防止することを意図した熱抑制剤が挙げられ、例としてはヒドロキノン、ヒドロキノン誘導体、p-メトキシフェノール、β-ナフトール、または立体障害フェノール類、例えば2,6-ジ(tert-ブチル)-p-クレゾールが挙げられる。暗所での貯蔵寿命は例えば、銅化合物、例えば、ナフテン酸銅、ステアリン酸銅またはオクタン酸銅、リン化合物、例えば、トリフェニルホスフィン、トリブチルホスフィン、亜リン酸トリエチル、亜リン酸トリフェニルまたは亜リン酸トリベンジル、第四級アンモニウム化合物、例えば、塩化テトラメチルアンモニウムまたは塩化トリメチルベンジルアンモニウムを使用することによって増加させることができる。

## 【0080】

重合中に大気中の酸素を防ぐために、パラフィンまたは類似のワックス様物質などの添加剤を添加することができ；これらは、重合開始時に、ポリマー中でのそれらの低い溶解性のために表面に移動し、空気の進入を防ぐ透明な表面層を形成する。同様に、酸素バリア層を塗布することも可能である。

## 【0081】

さらなる潜在的に好適な添加剤としては、光安定剤が挙げられる。光安定剤としては、UV吸収剤、例えば、ヒドロキシフェニルベンゾトリアゾール、ヒドロキシフェニルベンゾフェノン、オキサリアミドまたはヒドロキシフェニル-s-トリアジン型の周知の市販のUV吸収剤が挙げられる。立体障害された比較的塩基性のアミン光安定剤(HALS)を使用して、または使用せずに、個々のそのような化合物またはその混合物を使用することが可能である。立体障害アミンは例えば、2,2,6,6-テトラメチルピペリジンに基づいている。UV吸収剤および立体障害アミンとしては、例えば以下のものが挙げられる：

## 【0082】

2-(2-ヒドロキシフェニル)-2H-ベンゾトリアゾール類、例えば、既知の市販のヒドロキシフェニル-2H-ベンゾトリアゾール類およびベンゾトリアゾール類、これらは、米国特許第3,004,896号；3,055,896号；3,072,585号；3,074,910号；3,189,615号；3,218,332号；3,230,194号；4,127,586号；4,226,763号；4,275,004号；4,278,589号；4,315,848号；4,347,180号；4,383,863号；4,675,352号；4,681,905号；4,853,471号；5,268,450号；5,278,314号；5,280,124号；5,319,091号；5

10

20

30

40

50

, 4 1 0 , 0 7 1 号 ; 5 , 4 3 6 , 3 4 9 号 ; 5 , 5 1 6 , 9 1 4 号 ; 5 , 5 5 4 , 7 6  
 0 号 ; 5 , 5 6 3 , 2 4 2 号 ; 5 , 5 7 4 , 1 6 6 号 ; 5 , 6 0 7 , 9 8 7 号 ; 5 , 9 7  
 7 , 2 1 9 号 ; および 6 , 1 6 6 , 2 1 8 号に開示されており、例えば、2 - ( 2 - ヒド  
 ロキシ - 5 - メチルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、2 - ( 3 , 5 - ジー - t - ブ  
 チル - 2 - ヒドロキシフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、2 - ( 2 - ヒドロキシ -  
 5 - t - ブチルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、2 - ( 2 - ヒドロキシ - 5 - t -  
 - オクチルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、5 - クロロ - 2 - ( 3 , 5 - ジー - t -  
 - ブチル - 2 - ヒドロキシフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、5 - クロロ - 2 - ( 3 - t -  
 - ブチル - 2 - ヒドロキシ - 5 - メチルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、  
 2 - ( 3 - s e c - ブチル - 5 - t - ブチル - 2 - ヒドロキシフェニル ) - 2 H - ベンゾ  
 トリアゾール、2 - ( 2 - ヒドロキシ - 4 - オクチルオキシフェニル ) - 2 H - ベンゾト  
 トリアゾール、2 - ( 3 , 5 - ジー - t - アミル - 2 - ヒドロキシフェニル ) - 2 H - ベンゾ  
 トリアゾール、2 - ( 3 , 5 - ビス -  $\alpha$  - クミル - 2 - ヒドロキシフェニル ) - 2 H - ベ  
 ンゾトリアゾール、2 - ( 3 - t - ブチル - 2 - ヒドロキシ - 5 - ( 2 - (  $\omega$  - ヒドロキシ  
 シー - オクター ( エチレンオキシ ) カルボニル - エチル ) - , フェニル ) - 2 H - ベンゾト  
 トリアゾール、2 - ( 3 - ドデシル - 2 - ヒドロキシ - 5 - メチルフェニル ) - 2 H - ベン  
 ゾトリアゾール、2 - ( 3 - t - ブチル - 2 - ヒドロキシ - 5 - ( 2 - オクチルオキシカル  
 ボニル ) エチルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、ドデシル化 2 - ( 2 - ヒドロ  
 キシ - 5 - メチルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、2 - ( 3 - t - ブチル - 2 -  
 ヒドロキシ - 5 - ( 2 - オクチルオキシカルボニルエチル ) フェニル ) - 5 - クロロ - 2  
 H - ベンゾトリアゾール、2 - ( 3 - t e r t - ブチル - 5 - ( 2 - ( 2 - エチルヘキシ  
 ルオキシ ) - カルボニルエチル ) - 2 - ヒドロキシフェニル ) - 5 - クロロ - 2 H - ベン  
 ゾトリアゾール、2 - ( 3 - t - ブチル - 2 - ヒドロキシ - 5 - ( 2 - メトキシカルボニ  
 ルエチル ) フェニル ) - 5 - クロロ - 2 H - ベンゾトリアゾール、2 - ( 3 - t - ブチル  
 - 2 - ヒドロキシ - 5 - ( 2 - メトキシカルボニルエチル ) フェニル ) - 2 H - ベンゾト  
 トリアゾール、2 - ( 3 - t - ブチル - 5 - ( 2 - ( 2 - エチルヘキシルオキシ ) カルボニ  
 ルエチル ) - 2 - ヒドロキシフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、2 - ( 3 - t - ブ  
 チル - 2 - ヒドロキシ - 5 - ( 2 - イソオクチルオキシカルボニルエチル ) フェニル - 2  
 H - ベンゾトリアゾール、2 , 2 ' - メチレン - ビス ( 4 - t - オクチル - ( 6 - 2 H -  
 ベンゾトリアゾール - 2 - イル ) フェノール ) 、 2 - ( 2 - ヒドロキシ - 3 -  $\alpha$  - クミル  
 - 5 - t - オクチルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、2 - ( 2 - ヒドロキシ - 3  
 - t - オクチル - 5 -  $\alpha$  - クミルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、5 - フルオロ  
 - 2 - ( 2 - ヒドロキシ - 3 , 5 - ジー -  $\alpha$  - クミルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾ  
 ル、5 - クロロ - 2 - ( 2 - ヒドロキシ - 3 , 5 - ジー -  $\alpha$  - クミルフェニル ) - 2 H - ベ  
 ンゾトリアゾール、5 - クロロ - 2 - ( 2 - ヒドロキシ - 3 -  $\alpha$  - クミル - 5 - t - オク  
 チルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、2 - ( 3 - t - ブチル - 2 - ヒドロキシ -  
 5 - ( 2 - イソオクチルオキシカルボニルエチル ) フェニル ) - 5 - クロロ - 2 H - ベン  
 ゾトリアゾール、5 - トリフルオロメチル - 2 - ( 2 - ヒドロキシ - 3 -  $\alpha$  - クミル - 5  
 - t - オクチルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、5 - トリフルオロメチル - 2 -  
 ( 2 - ヒドロキシ - 5 - t - オクチルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、5 - トリ  
 フルオロメチル - 2 - ( 2 - ヒドロキシ - 3 , 5 - ジー - t - オクチルフェニル ) - 2 H -  
 ベンゾトリアゾール、メチル 3 - ( 5 - トリフルオロメチル - 2 H - ベンゾトリアゾ  
 ル - 2 - イル ) - 5 - t - ブチル - 4 - ヒドロキシヒドロシナメート、5 - ブチルスルホニ  
 ル - 2 - ( 2 - ヒドロキシ - 3 -  $\alpha$  - クミル - 5 - t - オクチルフェニル ) - 2 H - ベン  
 ゾトリアゾール、5 - トリフルオロメチル - 2 - ( 2 - ヒドロキシ - 3 -  $\alpha$  - クミル - 5  
 - t - ブチルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、5 - トリフルオロメチル - 2 - ( 2  
 - ヒドロキシ - 3 , 5 - ジー - t - ブチルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾール、5 - ト  
 リフルオロメチル - 2 - ( 2 - ヒドロキシ - 3 , 5 - ジー -  $\alpha$  - クミルフェニル ) - 2 H -  
 ベンゾトリアゾール、5 - ブチルスルホニル - 2 - ( 2 - ヒドロキシ - 3 , 5 - ジー - t -  
 ブチルフェニル ) - 2 H - ベンゾトリアゾールおよび 5 - フェニルスルホニル - 2 - ( 2

ーヒドロキシ-3, 5-ジ-tert-ブチルフェニル)-2H-ベンゾトリアゾール。

【0083】

別の例としては、2-ヒドロキシベンゾフェノン、例えば、4-ヒドロキシ、4-メトキシ、4-オクチルオキシ、4-デシルオキシ、4-ドデシルオキシ、4-ベンジルオキシ、4, 2', 4'-トリヒドロキシおよび2'-ヒドロキシ-4, 4'-ジメトキシ誘導体が挙げられる。

【0084】

さらに別の例示的なクラスには、置換および非置換の安息香酸のエステル類、例えば、4-tert-ブチルフェニルサリチレート、フェニルサリチレート、オクチルフェニルサリチレート、ジベンゾイルレゾルシノール、ビス(4-tert-ブチルベンゾイル)レゾルシノール、ベンゾイルレゾルシノール、2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンゾエート、ヘキサデシル3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンゾエート、オクタデシル3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンゾエート、2-メチル-4, 6-ジ-tert-ブチルフェニル3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシベンゾエート。

10

【0085】

添加剤成分に使用するのに好適な追加の添加剤としては、光重合を促進する化合物、例えば、いわゆる光増感剤が挙げられ、これらはこれらが組み込まれる組成物のスペクトル感度をシフトさせるか、または広げる。光増感剤としては、特に、芳香族カルボニル化合物、例えばベンゾフェノン誘導体、チオキサントン誘導体、アントラキノン誘導体および3-アシルクマリン誘導体、並びに3-(アロイルメチレン)チアゾリン、並びにエオシン、ローダミンおよびエリスロシン染料が挙げられる。あるいは、非芳香族カルボニル化合物を使用してもよい。非芳香族カルボニルの例は、ジメトキシアントラセンである。

20

【0086】

硬化手順は特に、着色された組成物を生成するか、または生成を促進する添加剤を使用することによって支援することができる。このような添加剤としては、二酸化チタンなどの顔料が挙げられ、熱条件下でフリーラジカルを形成する添加剤、例えば2, 2'-アゾビス(4-メトキシ-2, 4-ジメチルバレロニトリル)などのアゾ化合物、トリアゼン、ジアゾスルフィド、ペンタザジエンまたはペルオキシ化合物、例えばヒドロペルオキシドまたはペルオキシカーボネート、例えばtert-ブチルヒドロペルオキシドが挙げられ、米国特許第4, 753, 817号に記載されている。この目的のためのさらなる好適な物質としては、ベンゾピナコール化合物が挙げられる。

30

【0087】

添加剤成分は、光還元性染料、例えば、キサンテン、ベンゾキサンテン、ベンゾチオキサンテン、チアジン、ピロニン、ポルフィリンもしくはアクリジン染料、および／または放射線によって切断することができるトリハロメチル化合物を含むことができる。このような添加剤は例えば、米国特許第5, 229, 253号に記載されている。

【0088】

目的とする用途に応じて、他の従来の添加剤を使用してもよい。例としては、蛍光増白剤、充填剤、顔料、染料、湿潤剤またはレベリング助剤が挙げられる。厚く着色した被覆は、例えば、米国特許第5, 013, 768号に記載されているように、ガラスマイクロビーズまたは粉末ガラス繊維を含有することもできる。

40

【0089】

一実施形態において、添加剤成分は、一次被覆の1つ以上の特性を向上させるために使用される1つ以上の様々な添加剤を含む。このような添加剤としては、酸化防止剤(Irganox 1035、チオジエチレンビス[3-(3, 5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]、またはtert-ブチルヒドロキノンなど)、接着促進剤、阻害剤(アクリル酸など)、光増感剤、担体界面活性剤、粘着付与剤、触媒、安定剤、表面剤、および蛍光増白剤が挙げられる。

【0090】

50

好ましい実施形態において、添加剤成分は、1つ以上の接着促進剤化合物を含むか、それからなるか、またはそれから本質的になる。接着促進剤は、ポリマー一次被覆と光ガラスファイバの表面との間の連結を提供する。加水分解性であるシランカップリング剤は、ガラス接着促進剤として使用されている。シランカップリング剤は、例えば、米国特許第4,932,750号に記載されている。一実施形態において、接着促進剤は、メルカプト基および／または複数のアルコキシ基を含有する加水分解性シラン化合物である。このような接着促進剤は公知であり、米国特許出願番号20020013383に記載されており、その関連部分は参照により本明細書に組み込まれる。

#### 【0091】

一実施形態において、接着促進剤は、 $\gamma$ -メルカプトプロピルトリメトキシシラン、トリメトキシシリルプロピルアクリレート、または3-トリメトキシシリルプロパン-1-チオールの中の1つ以上を含む。あるいはシランカップリング基は、オリゴマー成分中のオリゴマー上で反応させることができ；そのような場合、シランカップリング基は添加剤としてではなく、オリゴマー成分の一部として考えられる。したがって、一実施形態において、接着促進剤は、オリゴマー接着促進剤、好ましくはウレタン基およびアクリレート基を有するものを含む。使用される場合、オリゴマーウレタンアクリレート接着促進剤は、好ましくは少なくとも2つのウレタン基を含み、テレケリックヒドロキシル基を含む単官能性テレケリックウレタンアクリレートオリゴマーの反応生成物であり、好ましくは、イソシアネートシラン接着促進剤またはヒドロキシ、メルカプトまたはアミノ官能性シランを有するジイソシアネートとの反応による。

#### 【0092】

前述の添加剤の中の1つ以上は任意の好適な量で本発明による組成物中に使用することができ、単独で、または本明細書に列挙されるタイプのうちの1つ以上の組み合わせで選択することができる。望ましい実施形態においては、添加剤成分は、組成物の全重量に対して、約0重量%から20重量%、または0重量%から10重量%、または0重量%から5重量%、または0.01重量%から20重量%、または0.01重量%から10重量%、または0.01重量%から5重量%、または0.1重量%から2重量%で存在する。別の実施形態によれば、添加剤成分は、放射線硬化性組成物全体の重量に対して、1重量%～20重量%、または1重量%～10重量%、または1重量%～5重量%で存在する。

#### 【0093】

上述のように、第1の態様の様々な実施形態に従って配合された組成物は、特定の望ましい特徴を有するように構成され得る。具体的には、そのような組成物および／または配合物は、低量の揮発性希釈剤を有することに加えて、十分に低い弾性率値を有するおよび／または速硬化性である硬化生成物を形成することができる。これは、そのような被覆および／または配合物を、マイクロバンド誘起減衰耐性および高いプロセス速度が望ましいか、または必要とされる光ファイバ被覆用途に有用なものにする。本明細書で使用されるように、マイクロバンド誘起減衰の代用指標は、貯蔵弾性率( $G'$ )である。より低い弾性率の一次被覆組成物は、他の条件が同じであれば、マイクロバンド誘起減衰に対してより良好な耐性を付与することが知られている。さらに、本明細書で使用されるように、硬化速度の代用指標は、特定の被覆または配合物がその最終貯蔵弾性率値の30%に達するのにかかる時間である。

#### 【0094】

したがって、様々な特定のさらなる実施形態において、第1の態様の実施形態のいずれかによる光ファイバ一次被覆組成物は、本明細書の他の箇所で特定されるプロセスおよび寸法に従ってフィルムに硬化されたとき、600 kPa未満、または1～550 kPa、または10～500 kPa、または300 kPa未満、または1～200 kPa、または10～150 kPaの貯蔵弾性率( $G'$ )を有するように構成される。

#### 【0095】

さらに、様々な他の特定のさらなる実施形態において、第1の態様の実施形態のいずれかによる光ファイバ一次被覆組成物は、本明細書の他の箇所で特定されるプロセスおよび

寸法に従ってフィルムに硬化されたとき、貯蔵弾性率増加の30%に達する時間が1.2秒未満、または1秒未満となるように構成される。

【0096】

第1の態様の組成物および／または配合物は、さらに好ましくは光ファイバ用途での使用および硬化プロセスに好適な粘度値を有する。したがって、さらに他の具体的なさらなる実施形態において、第1の態様の実施形態のいずれかによる光ファイバ一次被覆組成物は、少なくとも $>0.1$ パスカル秒(Pa·s)、または少なくとも0.2、または少なくとも0.5、または少なくとも1Pa·s、および／または15Pa·s未満、または12未満、または10Pa·s未満；または1～15Pa·s、または2～12Pa·s、または3～10Pa·sの粘度を有するように構成され、ここで、粘度は、25℃および $2500\text{ s}^{-1}$ のせん断速度で測定される。

10

【0097】

本発明の第2の態様は、光ファイバを被覆するための方法であって、ガラス光ファイバを、好ましくはドロータワーを通して線引きすることによって、ガラス光ファイバを提供する工程と；一次被覆組成物をガラス光ファイバの表面上に塗布する工程と；任意に、前記一次被覆組成物を少なくとも部分的に硬化させるのに十分なUV光の線量を付与する工程と；二次被覆組成物を一次被覆組成物に塗布する工程と；紫外線を放出して前記一次被覆組成物および前記二次被覆組成物の硬化に影響を与えることができる少なくとも1つの放射線源に前記一次被覆組成物および前記二次被覆組成物を曝露して、光ファイバの表面上に硬化した一次被覆を形成し、硬化した一次被覆の表面上に硬化した二次被覆を形成する工程を含み；ここで、一次被覆組成物は、本発明の第1の態様の実施形態のいずれかによる組成物である、方法である。

20

【0098】

本発明の第3の態様は、被覆された光ファイバであって、ガラスコアおよび前記ガラスコアと接触して前記ガラスコアを取り囲むクラッド層と；被覆部分、前記クラッド層と接触して前記クラッド層を取り囲む一次被覆層をさらに含む前記被覆部分と；前記一次被覆層と接触して前記一次被覆層を取り囲む二次被覆層を備える、被覆された光ファイバである。この態様によれば、一次被覆層は、第1の態様の実施形態のいずれかによる放射線硬化性組成物の硬化生成物であり、一次被覆および二次被覆は、第2の態様の実施形態のいずれかに従って塗布および硬化される。

30

【0099】

第3の態様の一実施形態によれば、光ファイバは、コアと、クラッドと、外側環状クラッド領域に接触して取り囲む一次被覆と、二次被覆を備える。第3の態様のいくつかの実施形態によれば、コアは、純粋なシリカガラス( $\text{SiO}_2$ )または純粋なドーパされていないシリカガラスに対してガラスコアの屈折率を増大させる1つ以上のドーパントを有するシリカガラスを含む。核の屈折率を増加させるのに適したドーパントとしては、限定するものではないが、 $\text{GeO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ 、 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 、および／またはこれらの組合せが挙げられる。

【0100】

クラッド層は、純粋なシリカガラス( $\text{SiO}_2$ )、クラッドが「アップドープ」されている場合など、屈折率を増大させる1つ以上のドーパント(例えば、 $\text{GeO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{P}_2\text{O}_5$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ および／または $\text{Ta}_2\text{O}_5$ )を有するシリカガラス、または内側のクラッドが「ダウンドープ」されている場合など、フッ素などの屈折率を低下させるドーパントを有するシリカガラスを含むことができ、ただし、コアの最大相対屈折率 $[\Delta_{1\text{MAX}}]$ は、クラッドの最大相対屈折率 $[\Delta_{4\text{MAX}}]$ よりも大きい。一実施形態によれば、クラッドは、純粋なシリカガラスでもある。

40

【0101】

第3の態様のいくつかの実施形態によれば、一次被覆は、1.5MPa未満、または1.0MPa未満、または0.6MPa未満、または0.5MPa未満、または0.3MPa未満、または0.15～0.8MPa、および他の実施形態では0.2MPa未満のイ

50

ンサイチュ（またはファイバ上の）引張弾性率を有する典型的な一次被覆である。インサイチュ弾性率を記載するための方法は、当技術分野で周知であり、とりわけ、米国特許第7,171,103号および米国特許第6,961,508号に記載されており、これらの各々は、Covestro (Netherlands) B.V. に譲渡されている。一実施形態において、硬化した一次被覆は、 $-350^{\circ}\text{C}$ 未満、または $-400^{\circ}\text{C}$ 未満、または $-450^{\circ}\text{C}$ 未満、および他の実施形態では $-500^{\circ}\text{C}$ 以下のインサイチュガラス転移点を有する。低いインサイチュ弾性率を有する一次被覆は、ファイバ中を伝播するモード間の結合機構であるマイクロベンディングを低減する。低インサイチュガラス転移温度は、ファイバが非常に低温の環境で展開されたときでさえ、一次被覆のインサイチュ弾性率が低いままであることを確実にする。

10

#### 【0102】

一次被覆は、熱老化および加水分解老化の間、ガラスファイバに対する適切な接着性を維持し、さらに（必要であれば）スプライシング目的のためにガラスファイバから剥離することができる。一次被覆は典型的には $20\sim 50\mu\text{m}$ （例えば、約25または $32.5\mu\text{m}$ ）の範囲の厚さを有し、 $200\mu\text{m}$ の繊維では、 $15\sim 25\mu\text{m}$ の範囲のより薄い厚さを有する。他の実施形態において、一次被覆は、好ましくは約 $40\mu\text{m}$ 未満、より好ましくは約 $20\sim 40\mu\text{m}$ 、最も好ましくは約 $20\sim 30\mu\text{m}$ の厚さを有する。

#### 【0103】

二次被覆は一次被覆と接触し、それを取り囲む。二次被覆は例えば、分子が重合時に高度に架橋される被覆組成物の重合生成物である。一実施形態によれば、二次被覆は、 $800\text{MPa}$ 超、または $1110\text{MPa}$ 超、または $1300\text{MPa}$ 超、または $1400\text{MPa}$ 超、または $1500\text{MPa}$ 超のインサイチュ引張弾性率を有することができる。高いインサイチュ弾性率を有する二次被覆は、ファイバ内を伝播するモード間の結合機構であるマイクロベンディングを低減する。

20

#### 【0104】

他の実施形態によれば、二次被覆は高いインサイチュ弾性率（例えば、 $25^{\circ}\text{C}$ で約 $800\text{MPa}$ 超）および高い $T_g$ （例えば、約 $50^{\circ}\text{C}$ 超）を有する。他の好ましい実施形態において、インサイチュ弾性率は、約 $1000\text{MPa}\sim 8000\text{MPa}$ 、より好ましくは約 $1200\text{MPa}\sim 5000\text{MPa}$ 、最も好ましくは約 $1500\text{MPa}\sim 3000\text{MPa}$ である。二次被覆のインサイチュ $T_g$ は、好ましくは約 $50^{\circ}\text{C}\sim 120^{\circ}\text{C}$ 、より好ましくは約 $50^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$ である。一実施形態において、二次被覆は、約 $40\mu\text{m}$ 未満、より好ましくは約 $20\sim 40\mu\text{m}$ 、最も好ましくは約 $20\sim 30\mu\text{m}$ の厚さを有する。

30

#### 【0105】

外側（または第2の）被覆材料における使用に好適な材料、ならびにこれらの材料の選択に関する考慮事項は、当技術分野で周知であり、例えば、Chapinの米国特許第4,962,992号および5,104,433号に記載されている。これらの代替として、Botelhoらの米国特許第6,775,451号およびChouらの米国特許第6,689,463号に記載されているように、低オリゴマー含有量の被覆システムを用いて高弾性率の被覆も得られている。さらに、Schisselらによる米国特許出願公開番号20070100039に記載されているように、非反応性オリゴマー成分が、高弾性率被覆を達成するために使用されている。二次被覆はまた、当技術分野で周知のように、インクを含んでもよい。そのような場合、二次被覆は、「着色二次被覆」と称され得る。

40

#### 【0106】

被覆された光ファイバは代替的に、二次層上に配置された1つ以上の追加の層を備えていてもよい。最も注目すべきことに、このような層は、二次被覆とは別に塗布され、硬化される独立した「インク」層を含む。他の多層被覆システムが知られており、例えば、WO2017173296に開示されている。

#### 【0107】

50

上述のようなファイバ用の一次および二次被覆、ならびに広帯域UVランプを使用して硬化させるためのインクおよびマトリックス材料用の典型的な光ファイバ被覆を配合する方法は、当技術分野で知られている。この技術および関連する化学および試験方法の良好な議論は、Elsevierによって出版されたA. MendezおよびT. F. Morseによる「Specialty Optical Fibers Handbook」、(C) Elsevier Inc. 2007の第4.6節～第4章末に見出すことができる。

#### 【0108】

本発明の第2の態様の実施形態において、任意のタイプの光ファイバを使用することができる。しかしながら、好ましい実施形態において、被覆光ファイバは、1310nmの波長で8～10μmのモードフィールド径、または1550nmの波長で9～13μmのモードフィールド径、および／または20～200μm<sup>2</sup>の実効断面積を有する。そのようなファイバは、より高いライン速度または処理速度を利用するこれらのファイバのための被覆プロセスに対する予想される需要を考慮すると、シングルモードファイバおよび／または大実効断面積ファイバであり得る。しかしながら、マルチモードファイバのような他のファイバタイプも同様に使用することができる。

10

#### 【0109】

本発明の第4の態様は、光ファイバケーブルであり、ここで、光ファイバは、本発明の第3の態様のいずれかの実施形態による少なくとも1つの光ファイバを備え、および／または光ファイバは、本発明の第1の態様による組成物の硬化生成物であり、および／または光ファイバは、本発明の第2の態様によって被覆された。

20

#### 【0110】

本発明の改善された組成物（およびそれから製造された被覆光ファイバ）は、本明細書において上記で特定された成分の選択によって配合することができ、さらに、本明細書における配合ガイドラインに従うことによって、ならびに以下の実施例において例示される実施形態においてとられる一般的なアプローチから外挿することによって、本発明が適用される分野の当業者によって容易に調整することができる。以下のそのような実施例は本発明をさらに説明するが、もちろん、その範囲を限定するものと決して解釈されるべきではない。

30

#### 【実施例】

#### 【0111】

これらの実施例は、本発明の実施形態を例示する。表1は、本実施例で使用される組成物の様々な成分を記載する。表2は、本実施例で使用されるオリゴマーを合成するために使用された、表1に記載される試薬の相対量を記載する。表3は、表2にそのように特徴付けられたオリゴマーのさらなる分析の概要を提供し、そのようなオリゴマーを分析する方法は、以下、本明細書にさらに記載される。

表1－配合成分

#### 【0112】

40

50

【表 1】

| 成分                              | 化学的記述子                                                                  | サプライヤー/メーカー     |
|---------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|-----------------|
| Lupranol 1100/1 (PPG1000)       | 二官能性ポリプロピレングリコール；分子量約 1 0 0 0                                           | Covestro        |
| Arcol PPG 2000 (PPG2000)        | 二官能性ポリプロピレングリコール；分子量約 2 0 0 0                                           | Covestro        |
| Acclaim 4200 (PPG4000)          | 二官能性ポリプロピレングリコール；分子量約 4 0 0 0                                           | Covestro        |
| Acclaim 8200 (PPG8000)          | 二官能性ポリプロピレングリコール；分子量約 8 0 0 0                                           | Covestro        |
| Acclaim 6320 N (PPG6000(triol)) | 三官能性ポリプロピレングリコール；分子量約 6 0 0 0                                           | Covestro        |
| GI-3000 (HBP3000)               | ビスヒドロキシ官能性水素化ポリブタジエン；分子量約 3 0 0 0                                       | NIPPON SODA     |
| Oxymer M112 (PC1000)            | ビスヒドロキシ官能性ポリカーボネート；分子量約 1 0 0 0                                         | Perstorp        |
| CAPA 2101A (PE1000)             | ビスヒドロキシ官能性ポリエステル；分子量約 1 0 0 0                                           | Perstorp        |
| DBP-C22 (PDMS3000)              | $\alpha$ , $\Omega$ -ビスヒドロキシ官能性シリコーン；分子量約 3 0 0 0                       | Gelest          |
| TDI                             | トルエンジイソシアネート；CAS 5 8 4-8 4-9                                            | Covestro, BASF  |
| IPDI                            | イソホロンジイソシアネート；CAS 4 0 9 8-7 1-9                                         |                 |
| HEA                             | アクリル酸 2-ヒドロキシエチル；CAS 8 1 8-6 1-1                                        | Nippon Shokubai |
| HEMA                            | メタクリル酸 2-ヒドロキシエチル；CAS 8 6 8-7 7-9                                       | Nippon Shokubai |
| AMG                             | グリセロールアクリレートメタクリレート；CAS 4 3 3 9 3 7-3 8-3                               | TCI             |
| アクリル酸                           | アクリル酸；CAS 7 9-1 0-7                                                     | Sigma-Aldrich   |
| BHT                             | ブチル化ヒドロキシトルエン（食品用）；CAS 0 0 0 1 2 8-3 7-0                                | Lanxess, BASF   |
| DBTDL                           | ジブチルスズジラウレート；CAS 7 7-5 8-7                                              | Evonik          |
| DMAP                            | 4-（ジメチルアミノ）ピリジン；CAS 1 1 2 2-5 8-3                                       | Sigma-Aldrich   |
| Irganox 1520L                   | 安定剤、4, 6-ビス（オクチルチオメチル）-o-クレゾール；CAS 1 1 0 5 5 3-2 7-0                    | BASF            |
| BAPO                            | Irgacure 819, フェニルビス（2, 4, 6-トリメチルベンゾイル）ホスフィンオキシド；CAS 1 6 2 8 8 1-2 6-7 | BASF            |
| AgiSyn 2880 (EOEOA)             | 2-（2-エトキシエトキシ）エチルアクリレート；反応性希釈剤モノマーとして使用される                              | Covestro        |
| nVC                             | N-ビニルカプロラクタム；反応性希釈剤モノマーとして使用される                                         | Sigma-Aldrich   |

10

20

30

40

## 【0113】

## オリゴマー 1 ～ 16 の合成

まず、反応器を乾燥希薄空気でパージした。次に、以下の表 2 からの特定の量：最初に、（1）BHT（例えば、オリゴマー 1 について 1.32 部）；次いで、（2）適用可能なイソシアネート（例えば、オリゴマー 1 について 86.62 部の TDI）、続いて、（3）アクリル酸（例えば、オリゴマー 1 について 0.09 部）を、反応器（攪拌機、空気入口、滴下漏斗、および凝縮器を備えた）に充填した。充填後、反応器を 45℃ に加熱した。次に、指定された DBTDL 触媒の半分（例えば、DBTDL 0.06 g）、続いてヒドロキシル官能性エンドキャップ（例えば、HEA、オリゴマー 1 中に 57.87 部

50

）を、攪拌しながら反応器に投入した。反応が始まるまで1時間待った後、温度を60℃に上げた。60℃で、ヒドロキシ官能性またはチオール官能性主鎖成分（例えば、オリゴマー1当たり661.01gでのHO-PPG<sub>1000</sub>-OBu）および触媒の第2の部分（例えば、0.07g）を添加し、その後、反応温度を85℃に上げ、次いでさらに2時間維持した。

この2時間の反応時間後、イソシアネート（NCO）含有量を電位差滴定装置により測定し、組成物の全重量に対して0.1%未満であることを確認した。イソシアネート含有量がこの値を下回らなかった場合、混合物を15分間の追加の増分（再び85℃で）で反応チャンバーに戻し、この工程を繰り返してイソシアネート含有量が所望の範囲内になるまでチェックした。最後に、得られた合成オリゴマーをゆっくりと冷却し、本明細書の他の箇所に記載の実験に使用するために排出した。

得られたオリゴマーは表2に示されるような理想化された構造を有し、オリゴマー1は以下の理想化された構造を有していた（ここで、「T」は、ジイソシアネート化合物の反応生成物を示し、「PPG<sub>1000</sub>」は、ポリオールPPG<sub>1000</sub>の反応生成物を示し、「H-」は、ヒドロキシ官能性エンドキャップーHEAの反応生成物を示す）：

【0114】

[化1]

H-T-PPG<sub>1000</sub>-OH

【0115】

オリゴマー16の注記：ワンポット合成を適用し、2つのオリゴマーを得た：

80% H-T-PDMS<sub>3000</sub>-OH (a) + 20% H-T-PDMS<sub>3000</sub>-T-H (b)

オリゴマー17

このオリゴマーは、WO2021021971（WO2021021971中のオリゴマー1）に記載されているように、95.32部のAccclaim 6320N、6.15部のHEA、503部のAccclaim 8200 N、18.97部のTDI、0.3部のDBTDL、0.824部のBHT、0.29部のアクリル酸、および190.4部のSR489Dを用いて調製した。理想化された構造は以下の通りであった（式中、「T」は、ジイソシアネート化合物TDIの反応生成物を表し、「-H」は、ヒドロキシ官能性エンドキャップーHEAの反応生成物を表し、「PPG<sub>6000</sub>（トリオール）」は、ポリオールAccclaim 6320Nの反応生成物を表す）：

【0116】

[化2]

PPG<sub>6000</sub>（トリオール）-（T-PPG<sub>8000</sub>-T-H）<sub>3</sub>

【0117】

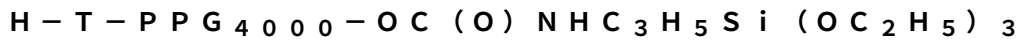
オリゴマー18

まず、反応器を乾燥希薄空気でパージした。次いで、0.28gのBHT、150.7gのオリゴマー3（H-T-PPG<sub>4000</sub>-OH）、および0.02gのアクリル酸を反応器（攪拌機、空気入口、滴下漏斗、および凝縮器を備えた）に入れた。充填後、反応器を75℃に加熱した。次いで、0.03gのDBTDLを加え、続いて8.65gの3-（トリエトキシシリル）プロピルイソシアネートを加え、その後、混合物をさらに2時間攪拌した。この2時間の反応時間後、イソシアネート（NCO）含有量を電位差滴定装置により測定し、組成物の全重量に対して0.1%未満であることを確認した。イソシアネート含有量がこの値を下回らなかった場合、混合物を反応チャンバーに30分間の追加の増分（再び85℃で）に戻し、この工程を繰り返してイソシアネート含有量が所望の範囲内になるまでチェックした。最後に、得られた合成オリゴマーをゆっくりと冷却し、本明細書の他の箇所に記載の実験に使用するために排出した。得られたオリゴマーは以下の理想化された構造を有していた（式中、「T」は、ジイソシアネート化合物の反応生成物を示し、「H-」は、ヒドロキシ官能性エンドキャップーHEAの反応生成物を示す）：

：

【0118】

[化3]



【0119】

オリゴマー19

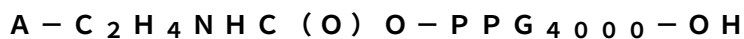
まず、500mlの反応器を乾燥希薄空気でパージした。次いで、0.5部のBHT、0.03部のアクリル酸、および300部のAccclaim 4200を、反応器（攪拌機、空気入口、滴下漏斗、および凝縮器を備えた）に充填した。充填後、反応器を85℃に加熱し、その温度で0.06部のDBTDLを加えた。次に、10.07部の2-イソシアナトエチルアクリレート（2-イソシアナトエチルアクリレート）を、攪拌しながらゆっくり加え、さらに2時間85℃に保ち、その後、NCO含有量は0.1%未満であった。

10

得られたオリゴマーは以下のような理想化された構造を有していた（ここで、「A」は、アクリレート基（すなわち、 $\text{CH}_2\text{CHCO}_2$ ）を示す）：

【0120】

[化4]



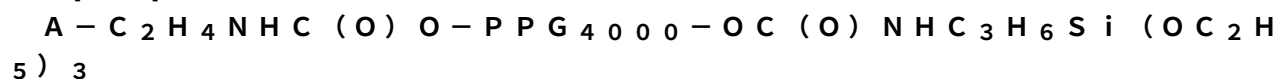
【0121】

138.87gのこの中間体オリゴマー（ $\text{A-C}_2\text{H}_4\text{NHC}(\text{O})\text{O-PPG}_{4000}-\text{OH}$ ）および7.3gの3-（トリエトキシシリル）プロピルイソシアネートを用いて、オリゴマー18について上記したのと同じ方法でオリゴマーを調製した。得られたオリゴマーは、以下の理想化された構造（式中、「A」は、アクリレート基（すなわち、 $\text{CH}_2\text{CHCO}_2$ ）を示す）を有していた：

20

【0122】

[化5]



【0123】

表2-オリゴマー合成

【0124】

30

40

50

【表 2】

| オリゴマー | 理想的な構造                                                                                                                                                 | イソシアネート (ii) | 量 (g)  | ヒドロキシ官能基<br>エポキシ<br>アミン<br>ペー (iii) | 量 (g) | ヒドロキシ官能性<br>またはチオール官<br>能性主鎖(i) | 量 (g)  | DBTDL | BHT  | アクリル酸 | モル比<br>(ii) : (i) |     |
|-------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------|--------|-------------------------------------|-------|---------------------------------|--------|-------|------|-------|-------------------|-----|
| 1     | H-T-PPG <sub>1000</sub> -OH                                                                                                                            | TDI          | 84.29  | HEA                                 | 56.08 | HO-PPG <sub>1000</sub> -OH      | 650.00 | 0.13  | 1.28 | 0.08  | 1.0               |     |
| 2     | H-T-PPG <sub>2000</sub> -OH                                                                                                                            | TDI          | 53.31  | HEA                                 | 35.56 | HO-PPG <sub>2000</sub> -OH      | 710.00 | 0.13  | 1.28 | 0.08  | 1.0               |     |
| 3     | H-T-PPG <sub>4000</sub> -OH                                                                                                                            | TDI          | 28.26  | HEA                                 | 18.86 | HO-PPG <sub>4000</sub> -OH      | 750.70 | 0.15  | 1.28 | 0.08  | 1.0               |     |
| 4     | H-T-PPG <sub>8000</sub> -OH                                                                                                                            | TDI          | 14.19  | HEA                                 | 9.46  | HO-PPG <sub>8000</sub> -OH      | 750.10 | 0.15  | 1.26 | 0.08  | 1.0               |     |
| 5     | HEMA-T-PPG <sub>4000</sub> -OH                                                                                                                         | TDI          | 22.61  | HEMA                                | 16.89 | HO-PPG <sub>4000</sub> -OH      | 600.10 | 0.12  | 1.03 | 0.07  | 1.0               |     |
| 6     | AMG-T-PPG <sub>4000</sub> -OH                                                                                                                          | TDI          | 22.62  | AMG                                 | 27.81 | HO-PPG <sub>4000</sub> -OH      | 600.00 | 0.12  | 1.04 | 0.07  | 1.0               |     |
| 7     | CapA-T-PPG <sub>4000</sub> -OH                                                                                                                         | TDI          | 15.08  | CapA                                | 29.68 | HO-PPG <sub>4000</sub> -OH      | 400.00 | 0.09  | 0.72 | 0.04  | 1.0               |     |
| 8     | H-T-PE <sub>1000</sub> -OH                                                                                                                             | TDI          | 26.65  | HEA                                 | 17.78 | HO-PE <sub>1000</sub> -OH       | 150.05 | 0.04  | 0.33 | 0.02  | 1.0               |     |
| 9     | H-T-HPB <sub>3000</sub> -OH                                                                                                                            | TDI          | 4.29   | HEA                                 | 2.91  | HO-HPB <sub>3000</sub> -OH      | 100.00 | 0.02  | 0.18 | 0.01  | 1.0               |     |
| 10    | H-I-PC <sub>1000</sub> -OH                                                                                                                             | IPDI (I)     | 40.37  | HEA                                 | 21.10 | HO-PC <sub>1000</sub> -OH       | 200.00 | 0.06  | 0.42 | 0.02  | 1.0               |     |
| 11    | H-T-PPG <sub>1000</sub> -T-H                                                                                                                           | TDI          | 142.95 | HEA                                 | 95.42 | HO-PPG <sub>1000</sub> -OH      | 550.00 | 0.16  | 1.28 | 0.08  | 2.0               |     |
| 12    | H-T-PPG <sub>2000</sub> -T-H                                                                                                                           | TDI          | 97.54  | HEA                                 | 65.18 | HO-PPG <sub>2000</sub> -OH      | 650.30 | 0.19  | 2.00 | 0.03  | 2.0               |     |
| 13    | H-T-PPG <sub>4000</sub> -T-H                                                                                                                           | TDI          | 52.76  | HEA                                 | 35.43 | HO-PPG <sub>4000</sub> -OH      | 700.00 | 0.19  | 2.19 | 0.02  | 2.0               |     |
| 14    | H-T-PPG <sub>8000</sub> -T-H                                                                                                                           | TDI          | 31.5   | HEA                                 | 21.00 | HO-PPG <sub>8000</sub> -OH      | 746.00 | 0.13  | 1.3  | 0.02  | 2.0               |     |
| 15    | HEMA-T-PPG <sub>4000</sub> -T-<br>HEMA                                                                                                                 | TDI          | 41.47  | HEMA                                | 31.02 | HO-PPG <sub>4000</sub> -OH      | 550.31 | 0.14  | 1.02 | 0.06  | 2.0               |     |
| 16    | 20 H-T-PDMS <sub>3000</sub> -T-H,<br>80 H-T-PDMS <sub>3000</sub> -OH                                                                                   | TDI          | 4.39   | HEA                                 | 2.99  | HO-PDMS <sub>3000</sub> -OH     | 99.91  | 0.02  | 0.17 | 0.01  | 20% 2<br>80% 1    |     |
| 17    | PPG <sub>6000</sub> (トリオール)-(T-PPG <sub>8000</sub> -T-<br>H) <sub>3</sub>                                                                              | 上に記載されている    |        |                                     |       |                                 |        |       |      |       |                   | 1.3 |
| 18    | H-T-PPG <sub>4000</sub> -<br>OC(O)NHC <sub>3</sub> H <sub>5</sub> Si(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>                                     | 上に記載されている    |        |                                     |       |                                 |        |       |      |       |                   | 1.5 |
| 19    | A-C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> NHC(O)O-PPG <sub>4000</sub> -<br>OC(O)NHC <sub>3</sub> H <sub>5</sub> Si(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub> | 上に記載されている    |        |                                     |       |                                 |        |       |      |       |                   | 1.0 |

【0125】

表3-さらなるオリゴマーの特徴付け

特に指定のない限り、すべての単位はキロダルトンである。

【0126】

10

20

30

40

50

【表 3】

| オリゴマー | 理想的な構造                                                                                                                                                 | Mn Theo<br>(g/mol) | Mn    | Mw   | Mz   | dn/dc (mL/g) | Tg onset<br>(°C) | Tg midpoint<br>(°C) |
|-------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|-------|------|------|--------------|------------------|---------------------|
| 1     | H-T-PPG <sub>1000</sub> -OH                                                                                                                            | 1290               | 2.1   | 2.4  | 3.1  | 0.0638       | -58.1            | -55.1               |
| 2     | H-T-PPG <sub>2000</sub> -OH                                                                                                                            | 2290               | 2.8   | 3.3  | 4.2  | 0.0578       | -62.7            | -60.3               |
| 3     | H-T-PPG <sub>4000</sub> -OH                                                                                                                            | 4290               | 6.6   | 7.9  | 11.5 | 0.0507       | -66.0            | -64.5               |
| 4     | H-T-PPG <sub>8000</sub> -OH                                                                                                                            | 8290               | 9.7   | 11.5 | 14.0 | 0.0490       | -67.7            | -66.4               |
| 5     | HEMA-T-PPG <sub>4000</sub> -OH                                                                                                                         | 4304               | 5.2   | 6.2  | 8.2  | 0.0532       | -66.1            | -64.3               |
| 6     | AMG-T-PPG <sub>4000</sub> -OH                                                                                                                          | 4388               | 6.5   | 8.5  | 17.1 | 0.0512       | -65.4            | -63.7               |
| 7     | CapA-T-PPG <sub>4000</sub> -OH                                                                                                                         | 4519               | 5.1   | 5.9  | 6.9  | 0.0542       | -66.1            | -64.8               |
| 8     | H-T-PE <sub>1000</sub> -OH                                                                                                                             | 1290               | 1.7   | 2.0  | 2.3  | 0.0843       | -52.3            | -49.4               |
| 9     | H-T-HPB <sub>3000</sub> -OH                                                                                                                            | 3290               | 4.8   | 7.6  | 23.7 | 0.0809       | -39.3            | -36.9               |
| 10    | H-I-PC <sub>1000</sub> -OH                                                                                                                             | 1290               | 1.7   | 2.2  | 2.9  | 0.0710       | -11.6            | -8.4                |
| 11    | H-T-PPG <sub>1000</sub> -T-H                                                                                                                           | 1580               | 2.0   | 2.6  | 3.7  | 0.0754       | -40.2            | -36.5               |
| 12    | H-T-PPG <sub>2000</sub> -T-H                                                                                                                           | 2580               | 2657  | 3.3  | 3.9  | 0.0659       | -53.2            | -49.5               |
| 13    | H-T-PPG <sub>4000</sub> -T-H                                                                                                                           | 4580               | 7516  | 8.8  | 11.5 | 0.0551       | -61.0            | -59.0               |
| 14    | H-T-PPG <sub>8000</sub> -T-H                                                                                                                           | 8580               | 12760 | 16.1 | 21.3 | 0.0517       | -64.9            | -63.3               |
| 15    | HEMA-T-PPG <sub>4000</sub> -T-HEMA                                                                                                                     | 4608               | 5633  | 6.8  | 8.1  | 0.0550       | -60.8            | -58.8               |
| 16    | 20 H-T-PDMS <sub>3000</sub> -T-H,<br>80 H-T-PDMS <sub>3000</sub> -OH                                                                                   | 3580, 3290         | 3920  | 4.5  | 6.1  | 0.0474       | <-70             |                     |
| 17    | PPG <sub>6000</sub> (トリオール) <sub>3</sub> -(T-PPG <sub>8000</sub> -T-H) <sub>3</sub>                                                                    | 31392              | 29440 | 68.3 | 13.2 | 0.0518       | <-70             |                     |
| 18    | H-T-PPG <sub>4000</sub> -<br>OC(O)NHC <sub>3</sub> H <sub>5</sub> Si(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>                                     | 4537               | 6782  | 11.4 | 39.5 | 0.0508       | -65.3            | -63.8               |
| 19    | A-C <sub>3</sub> H <sub>4</sub> NHC(O)O-PPG <sub>4000</sub> -<br>OC(O)NHC <sub>3</sub> H <sub>5</sub> Si(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub> | 4388               | 4987  | 10.1 | 47.6 | 0.0475       | -67.6            | -66.8               |

【0127】

SEC 特性評価

【0128】

種々の反応性オリゴマーを合成した後、D5296-11:「Standard Test Method for Molecular Weight Averages and Molecular Weight Distribution of Polystyrene by High Performance Size-Exclusion Chromatography」ASTM International、West Conshohocken、PA、(2011)に準拠したサイズ排除クロマト

グラフィー（SEC）法で評価した。さらに、ASTM norm D 5226-98：「Standard Practice for Dissolving Polymer Materials」ASTM International、West Conshohocken、PA、（2010）が、ポリマー分析に適した溶媒の定義を容易にするために使用された。

【0129】

具体的には、全てのサイズ排除クロマトグラフィー測定は、RI検出器、Wyatt microDawn多角度光散乱装置およびWyatt microViscoStar毛細管ブリッジ差圧粘度計を備えたWaters APC（高度なポリマークロマトグラフィー）システムで実施した。クロマトグラフィー分離のために、カラム：4.6 x 76 mm、Acquity APC XT 450 2.5 μm、125 2.5 μm、45 1.7 μmを使用した。検出器およびカラムは、40℃で操作した。SECを実施する前に、それぞれのポリマーを、1重量%の酢酸を含有するテトラヒドロフラン（THF）中に1.0~1.5 mg/mlの範囲の濃度で溶解した。このTHF溶液を、流速0.5 ml/分でSEC分析における溶離剤としても使用した。

10

【0130】

溶解完了後、モル質量およびモル質量分布を、屈折率、示差粘度、および直角光散乱信号を使用する上記三重検出法を用いて決定した。分子量平均およびモル質量分布の計算のために、約0.07 ml/gの屈折率増分（dn/dc）を使用した。具体的には、オリゴマー1~19のdn/dc値を、それに応じて決定し、本明細書の表3に、ミリリットル/グラムの単位で報告する。屈折率増分および分子量平均、ならびにモル質量分布を、全屈折率クロマトグラムの積分によって決定した。IV-DPシグナルをさらに用いて、積分限界を設定した。カラムからの試料の回収率は、95~105%であり、これはサイズ排除クロマトグラフィーで得られる典型的な値である。

20

【0131】

上記の方法を用いて、Mn、Mw、Mz、およびdn/dcの値を記録し、報告した。  
オリゴマーTg

【0132】

合成したオリゴマーのガラス転移温度（Tg）をMettler Toledo DSC 3+示差走査熱量計で測定した。-80℃~80℃の温度範囲を採用した。その結果、-70℃より高いTg値のみが確実に決定された。評価は、10℃/分の加熱速度を用いて、2番目の加熱曲線の1次導関数でStareソフトウェアを用いて実行した。

30

配合物1~42

【0133】

以下の表4に記載される配合物の各々は、Speedmixer（商標）と共に使用するのに適した50 mlの混合カップを使用することによって、従来の方法によって調製された。具体的には、1重量部の光開始剤BAPOおよび0.25重量部のIrganox 1520Lを、以下の表4に特定される成分の量に添加し、各配合物について合計10 gを得た。次いで、カップを閉じ、Speedmixer（商標）DAC150FVZ中で30秒間激しく混合し、停止し、同じ方法で30秒間再度混合した。

40

【0134】

これらの試料を、それぞれの配合物の粘性、T30%，弾性率最大値、および最大G'をそれぞれ決定するために、以下に記載の方法に従って試験した。粘度の値はパスカル秒（Pa·s）で報告され、小数点以下2桁に四捨五入され、T30%，弾性率最大値を秒単位で表示され、小数点以下2桁に四捨五入される。最大G'は、キロパスカル（kPa）で報告され、最も近い整数単位に丸められる。これらの測定された特性の値を以下の表4に報告する。

粘度

【0135】

配合物の粘度をBrookfield CAP 1000で、750 rpmで測定し、

50

30秒後に記録した。測定は、25℃、せん断速度 $2500\text{ s}^{-1}$ で3回行った（その平均値を下の表4に示す）。

最大弾性率（ $G'$ ）および $T_{30\%}$ 、弾性率 最大値の測定

最大弾性率（ $G'$ ）の値は、本明細書に記載の以下の手順に従って決定した。この手順で使用したハードウェア／装置は以下の通りであった：

レオメーター＋付属品

- ・ ARESG2－レオメーター（メーカー：TA Instruments）
- ・ APS温度制御装置（Advanced Peltier System）
- ・ APS Standard Flat Plate（下部ジオメトリ）
- ・ ARESG2 UV硬化アクセサリ（上部プレート固定具、UV遮光バック&アクセ
- スドア、コリメート光学レンズ）
- ・  $\phi 20\text{ mm}$ アクリルプレート、UV硬化オプション上部プレート固定具（上部ジオメ
- トリ）付き $\phi$
- ・ シルバーラインUV放射計、UV光センサ（較正されていない）、UVセンサジオメ
- トリ、および使い捨てプレートホルダ

UV光源等

- ・ 385nm LEDおよび装着した8mmレンズと組み合わせたOmnicure
- LX500
- ・ Moeller Easy 412-DC-TC コントロールリレー（トリガボッ
- クス）
- ・ UV Power Puck II（Electronic Instrument
- ation & Technology、校正済み）

【0136】

次に、上述のハードウェアを、以下に従ってセットアップし、配置した。まず、ARES G2レオメーター（TA Instruments）でUV硬化測定を行った。レオメーターは、APS温度制御装置、下部ジオメトリとしてのAPS Standard Flat PlateおよびARES G2 UV硬化オプションを備えていた。使用した上部ジオメトリは、直径20mmのアクリルプレートと組み合わせたARES G2 UV硬化オプションからの上部プレート固定具であった。UV光源として、Omnicure LX500スポット硬化システムを385nmのLED（8mmレンズ）と組み合わせて使用した。次いで、385nmのLEDをARES G2 UV硬化アクセサリのコリメート光学レンズに挿入した。コリメートレンズを光シールドに固定し、上部UVジオメトリミラーに位置合わせし、位置合わせネジを締めた。385nmのUV-LEDを収容するために、コリメートレンズの元の5mmの光ガイドホルダー部分の直径を12mmに増大させた。

【0137】

次に、Omnicure LX500スポット硬化システムを、Moeller Easy 412-DC-TC Control Relayを介してARES G2のDIGITAL I/Oコネクタに接続した。制御リレーは、UV光源のためのトリガボックスとして機能した。トリガの遅延時間は1.5秒に設定され、これは、ARES G2上の弾性率測定のデータ収集の開始後、1.5秒の遅延で385nmのUV-LEDが自動的にスイッチオンされたことを意味する。光強度を95%に設定し、UV光の持続時間を128秒に固定した。

【0138】

UV光のアライメント：アライメントは、APS温度制御ユニットの設置前に行った。UVセンサジオメトリは、使い捨てプレートホルダに取り付けられ、下部ジオメトリとして設置された。Silverline UV放射計に接続されたUV光センサは、UVセンサジオメトリの外側の穴に配置された。約100グラムの軸方向の力を加えることによって、UV光センサの上部に上部ジオメトリを配置した。次いで、連続した各測定の間に下部ジオメトリを約90°回転させることによって、4つの位置で光強度を測定した。各

点で可能な限り等しい光分布を達成するために、コリメートレンズのアライメントは、光シールド上のアライメントネジを用いて調整された。4つの異なる位置における光強度の差は、10%未満に維持された。

#### 【0139】

光強度の測定：RT-DMA測定の前に、校正されたUV Power Puck IIを用いてUV強度を測定した。これを達成するために、UV Power Puck IIのセンサを、アクリルプレートの表面がセンサ表面を完全に覆った状態で、上部プレート固定具内の20mmアクリルプレートの表面の真下に配置した（距離<0.5mm）。次に、Omnicure LX500 UV源（強度値を95%に設定）を手動で10秒間オンにした。この10秒間に、UV Power Puck II機器を用いてUV A2強度（すなわち、380~410nmの波長の間の放射）を測定した。測定されたUV A2の強さは60~70mW/cm<sup>2</sup>であると決定され、実際の値は67mW/cm<sup>2</sup>と記録された。

10

#### 【0140】

実際の遅延時間の決定：測定を開始するとき、データサンプリングの開始とUV照射の開始との間に遅延があった。Moeller Easy 412-DC-TC Control Relayの設定において、遅延は1.5秒に設定されており、これはデータサンプリングの開始から1.5秒後にUV照射が開始されたことを意味する。

#### 【0141】

光依存抵抗（LDR）およびオシロスコープ（PicoScope 3424）を用いて、1.519秒の実際の遅延時間を測定した。1.519秒の遅延時間は、0.004秒の標準偏差を有する10回の個々の測定値の平均値であった。

20

#### 【0142】

RT-DMA測定：次いで、温度制御デバイスとしてAdvanced Peltier Systemと対になったARESG2レオメーター、APS Flat Plate、およびARESG2 UV硬化アクセサリセットアップを使用して、RT-DMA UV硬化測定を実施した。UV光源として、Omnicure LX500に接続された8mmレンズを備えた385nm LEDを使用した。

#### 【0143】

サンプル装填：各サンプルを装填する前に、底板の温度を50℃に設定した。50℃に達したとき、上部プレート（厚さ20mmのアクリルプレート）の表面を200~400gの軸力を加えて下部プレートに接触（0mmの隙間）させ、上部平行プレートを50℃の設定温度に平衡させた。システムは、最初の接触後少なくとも5分間、その温度をさらに平衡化させた。次に、周知の方法に従ってゼロフィクスチャ手順を実行し、ギャップ=0位置を決定した。ギャップ=0の位置を決定した後、上部プレートを10mm離れた位置に移動させた。次に、それぞれのサンプルの一部を、小さなヘラの先端で下部プレートの中心に移し、その後、上部ジオメトリをギャップ=0.120mmの位置まで下げた。サンプルの量は、上部ジオメトリが減少したギャップまで下げられた後、上部平行プレートの全周を覆うギャップの外側に過剰量が押し出されることを確実にするのに十分でなければならなかった。次に、ギャップの外側に移動していた余分なサンプルを除去し、上部ジオメトリをさらに測定位置まで下げた（ギャップ=0.100mmを有する）。測定位置に装填した状態で、サンプルの温度を50℃に平衡化させた。最後に、サンプル温度が49.90~50.10℃の間で安定して測定された場合、トリガボックス（Moeller Easy 412-DC-TC）を起動し、TRIOSソフトウェアパッケージによって提供されるインターフェースおよび相互接続を使用することによって、測定プロセスが開始される。

30

40

#### 【0144】

測定：実際のUV硬化RT-DMA測定は、50℃で行われるいわゆる「高速サンプリング」測定であった。すなわち、ひずみ1%、回転速度52.36rad/s、1秒あたり50ポイントの測定頻度（つまり、連続する各測定ポイント間の間隔は0.020秒）

50

で、50℃で128秒間行われた振動高速サンプリングでした。

【0145】

その後、測定は、TRIOSソフトウェアの開始ボタンを介して開始された。データサンプリングが開始されると、レオメーターは制御リレーに信号を送信し、制御リレーは次にOmnigure LX500 UV光源を作動させて、データサンプリングの開始後、前述の1.519秒の遅延でそれぞれのサンプルを照射する。サンプルは上述のように、128秒間の高速サンプリングデータコレクション中に、385nmのUV光（強度60～70mW/cm<sup>2</sup>）で照射された。測定終了後、TRIOSデータファイルをMicrosoft Excelにエクスポートした。次いで、サンプルを取り出し、その後、プレートをエタノールで完全に洗浄し、その後、次のサンプルを装填した。

10

【0146】

データ分析：上述のように、TRIOSデータはMicrosoft Excelにエクスポートされた。Excelを用いてグラフをプロットし、以下に記載するように、試験した配合物の硬化速度性能の特徴付けのための様々なパラメータを計算した。グラフは、UV時間の関数として貯蔵弾性率（G'）（UV時間は、各データポイントについての実際の時間から遅延時間（1.519s）を減算して計算された）、UV時間の関数としての相対貯蔵弾性率（rel G'）（rel G'は、特定のUV時間で測定されたG'値と硬化測定中に得られた最大G'値の商によって計算された）に対応するグラフを含んでいた。G'グラフの観察された最大値は、110～120秒の間のG'値の平均をとることによって決定され、以下の表4において、「最大G'」による見出しの列に報告される。試験時間中に完全に硬化しなかったサンプルについては、この列には「NFC」という表示が付いており、採用された試験手順および時間制限では、最大G'を達成できなかったことを示している。

20

【0147】

一方、特性パラメータは、（1）総貯蔵弾性率（G'）増加の30%に達するまでの時間、および（2）平均G' 110～120s（硬化測定の終わりに向かう6つのデータポイントの平均貯蔵弾性率値）を含んだ。それぞれの配合物の（1）の結果は、以下の表4のT30%、弾性率 最大の表題欄に報告されている。

表4

全ての量は重量部である。

30

【0148】

40

50

【表 4】

| 配合物中のアクリレート含有量 (mol/kg) | オリゴマー中のアクリレート含有量 (mol/kg) | 配合物中のウンレタン含有量 (mol/kg) | 最大 G' | T <sub>30%</sub> 弾性率 最大 | 粘度    | 量  | 成分 3 (および 4) | 量       | 成分 2 (オリゴマー (a)) | 量   | 成分 1     | 配合物 |
|-------------------------|---------------------------|------------------------|-------|-------------------------|-------|----|--------------|---------|------------------|-----|----------|-----|
| 1.07                    | 0.44                      | 0.76                   | 678   | 0.42                    | 3.62  | 10 | EOEOA        |         |                  | 90  | オリゴマー 13 |     |
| 1.72                    | 0.44                      | 0.68                   | 523   | 0.50                    | 1.67  | 20 | EOEOA        |         |                  | 80  | オリゴマー 13 |     |
| 2.36                    | 0.44                      | 0.59                   | 481   | 0.58                    | 0.73  | 30 | EOEOA        |         |                  | 70  | オリゴマー 13 |     |
| 4.93                    | 0.44                      | 0.25                   | 166   | 1.24                    | 0.03  | 70 | EOEOA        |         |                  | 30  | オリゴマー 13 |     |
| 5.57                    | 0.44                      | 0.17                   | 117   | 1.49                    | <0.02 | 80 | EOEOA        |         |                  | 20  | オリゴマー 13 |     |
| 6.22                    | 0.44                      | 0.08                   | 102   | 1.68                    | <0.02 | 90 | EOEOA        |         |                  | 10  | オリゴマー 13 |     |
| 0.43                    | 0.44                      | 0.85                   | 624   | 0.37                    | 9.07  |    |              |         |                  | 100 | オリゴマー 13 |     |
| 0.41                    | 0.41                      | 0.81                   | 539   | 0.39                    | 8.28  | 10 |              | オリゴマー 3 |                  | 90  | オリゴマー 13 |     |
| 0.39                    | 0.39                      | 0.77                   | 460   | 0.40                    | 7.48  | 20 |              | オリゴマー 3 |                  | 80  | オリゴマー 13 |     |
| 0.37                    | 0.37                      | 0.73                   | 414   | 0.40                    | 6.82  | 30 |              | オリゴマー 3 |                  | 70  | オリゴマー 13 |     |
| 0.35                    | 0.35                      | 0.69                   | 297   | 0.44                    | 6.19  | 40 |              | オリゴマー 3 |                  | 60  | オリゴマー 13 |     |
| 0.33                    | 0.33                      | 0.65                   | 270   | 0.44                    | 5.59  | 50 |              | オリゴマー 3 |                  | 50  | オリゴマー 13 |     |
| 0.31                    | 0.31                      | 0.61                   | 234   | 0.43                    | 5.05  | 60 |              | オリゴマー 3 |                  | 40  | オリゴマー 13 |     |
| 0.29                    | 0.29                      | 0.57                   | 172   | 0.44                    | 4.51  | 70 |              | オリゴマー 3 |                  | 30  | オリゴマー 13 |     |
| 0.27                    | 0.27                      | 0.53                   | 126   | 0.45                    | 4.14  | 80 |              | オリゴマー 3 |                  | 20  | オリゴマー 13 |     |
| 0.25                    | 0.25                      | 0.49                   | 78    | 0.49                    | 3.46  | 90 |              | オリゴマー 3 |                  | 10  | オリゴマー 13 |     |
| 0.33                    | 0.34                      | 0.65                   | 64    | 0.46                    | 3.79  | 90 |              | オリゴマー 3 |                  | 10  | オリゴマー 11 |     |
| 0.28                    | 0.29                      | 0.56                   | 65    | 0.46                    | 3.43  | 90 |              | オリゴマー 3 |                  | 10  | オリゴマー 12 |     |
| 0.23                    | 0.23                      | 0.45                   | 60    | 0.50                    | 4.08  | 90 |              | オリゴマー 3 |                  | 10  | オリゴマー 14 |     |

10

20

30

40

50

|    |         |     |         |    |             |         |      |      |     |      |      |      |
|----|---------|-----|---------|----|-------------|---------|------|------|-----|------|------|------|
| 20 | オリゴマー18 | 10  | オリゴマー3  | 90 |             |         | 4.26 | 0.69 | 35  | 0.47 | 0.23 | 0.23 |
| 21 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー1  | 90 |             |         | 2.98 | 0.40 | 215 | 1.44 | 0.74 | 0.73 |
| 22 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー2  | 90 |             |         | 2.77 | 0.40 | 190 | 0.85 | 0.44 | 0.43 |
| 23 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー3  | 90 |             |         | 3.46 | 0.49 | 78  | 0.49 | 0.25 | 0.25 |
| 24 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー4  | 90 |             |         | 7.28 | 0.56 | 31  | 0.30 | 0.15 | 0.15 |
| 25 | オリゴマー15 | 10  | オリゴマー3  | 90 |             |         | 3.47 | 0.66 | 53  | 0.49 | 0.25 | 0.25 |
| 26 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー8  | 90 |             |         | >10  | 0.41 | 540 | 1.44 | 0.74 | 0.73 |
| 27 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー9  | 90 |             |         | >10  | 0.81 | 85  | 0.62 | 0.32 | 0.31 |
| 28 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー10 | 90 |             |         | >10  | 2.03 | 424 | 1.39 | 0.71 | 0.71 |
| 29 | オリゴマー16 | 100 |         |    |             |         | 測定不能 | 0.43 | 7   | 0.69 | 0.34 | 0.34 |
| 30 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー5  | 90 |             |         | 3.71 | 2.98 | 48  | 0.49 | 0.25 | 0.25 |
| 31 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー6  | 90 |             |         | 4.57 | 0.63 | 139 | 0.48 | 0.25 | 0.25 |
| 32 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー7  | 90 |             |         | 4.11 | 0.80 | 43  | 0.42 | 0.22 | 0.21 |
| 33 | オリゴマー14 | 5   | オリゴマー4  | 80 | EOEA        | 15      | 2.26 | 1.01 | 21  | 0.21 | 0.13 | 1.14 |
| 34 | オリゴマー14 | 5   | オリゴマー4  | 80 | DMA         | 15      | 1.89 | 0.49 | 121 | 0.21 | 0.13 | 0.13 |
| 35 | オリゴマー14 | 10  | オリゴマー4  | 80 | DMA         | 10      | 2.83 | 0.42 | 86  | 0.23 | 0.13 | 0.13 |
| 36 | オリゴマー17 | 5   | オリゴマー4  | 80 | EOEA        | 15      | 2.38 | 1.08 | 15  | 0.21 | 0.12 | 1.13 |
| 37 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー3  | 89 | nVC         | 1       | 3.18 | 0.36 | 98  | 0.49 | 0.25 | 0.25 |
| 38 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー3  | 85 | nVC         | 5       | 2.5  | 0.22 | 109 | 0.47 | 0.25 | 0.24 |
| 39 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー3  | 70 | EOEA<br>nVC | 19<br>1 | 0.8  | 0.64 | 78  | 0.40 | 0.26 | 1.51 |
| 40 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー3  | 70 | EOEA<br>nVC | 15<br>5 | 0.84 | 0.36 | 85  | 0.40 | 0.26 | 1.23 |
| 41 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー3  | 70 | オリゴマー18     | 20      | 4.07 | 0.47 | 100 | 0.53 | 0.25 | 0.25 |
| 42 | オリゴマー13 | 10  | オリゴマー3  | 70 | オリゴマー19     | 20      | 3.37 | 0.50 | 107 | 0.49 | 0.25 | 0.25 |

10

20

30

40

【0149】  
結果の考察  
【0150】

見て分かるように、本発明の様々な態様による組成物は、それらを光ファイバ被覆用途、特に光ファイバ一次被覆としての使用に特に好適なものにする特性を有する傾向がある。第一に、反応性希釈剤（EOEA、DMA、および／またはnVCが上記の実施例において使用される）を少量含むか、または全く含有しない組成物が、他の全ての条件が同じであれば、揮発性含有量が最小化されるという点で、光ファイバ被覆用途における使用のためにより好ましいことが明らかである。

50

## 【0151】

さらに、そのような低揮発分含有量を有する組成物は、特に硬化スピード（低 $T_{30\%}$ 、弾性率 最大値で測定され、特に1.2秒未満、より好ましくは1.0秒未満）、低弾性率（低 $G$ 値で測定され、特に600kPa未満、より好ましくは500kPa未満、より好ましくは400kPa未満、より好ましくは300kPa未満）、および／または低粘度（特に9パスカル秒未満、より好ましくは5パスカル秒未満）の点で、光ファイバ被覆用途における使用のためのさらなる適合性を示すように、様々に異なる方法で構成することができることが示されている。

## 【0152】

前述の効果は、様々なオリゴマータイプ、量、組み合わせ、および希釈剤を用いて実証される。

10

## 【0153】

特に明記しない限り、重量%という語は、それが組み込まれる全液状放射線硬化性配合物に対して、特定の成分の質量による量を意味する。

## 【0154】

本発明を説明する文脈（特に添付の特許請求の文脈）における用語「a」および「an」および「The」並びに同様の指示対象の使用は、本明細書に別段の指示がないかまたは明らかに文脈に矛盾しない限り、単数および複数の両方を含むと解釈されるべきである。語句「備える」、「有する」、「含む」および「包含する」は、特に断りのない限り、オープンエンドターム（すなわち「～を含むが限定しない」という意味）として解釈される。本明細書中の数値範囲の具陳は、本明細書中で特に指摘しない限り、単にその範囲内に該当する各値を個々に言及するための略記法としての役割を果たすことだけを意図しており、各値は、本明細書中で個々に列挙されるかのように、明細書に組み込まれる。本明細書で記載した全ての方法は、本明細書に別段の指示がない限り、或いは明らかに文脈に矛盾しない限り、任意の好適な順序で実行され得る。本明細書中で使用するあらゆる例または例示的な言い回し（例えば「など」）は特に主張しない限り、単に本発明をよりよく説明することだけを意図し、本発明の範囲に対する制限を設けるものではない。明細書中のいかなる文言も、請求されていない要素が発明の実施に必須であることを示すものとして解釈されるべきではない。

20

## 【0155】

本発明を実施するための本発明者に知られている最良の形態を含む、本発明の好ましい実施形態を本明細書に記載する。これらの好ましい実施態様の変形は、上述の記載を読めば当業者には明らかとなり得る。本発明者は、当業者が適宜このような変形を適用することを期待しており、本明細書中で具体的に説明される以外の方法で発明が実施されることを予定している。従って、本発明は、準拠法で許されているように、本明細書に添付された請求項に記載の内容の修正および均等物をすべて含む。更に、上述の要素のあらゆる可能な変形でのあらゆる組み合わせが、本明細書に別段の指示がない限り、または明らかに文脈に矛盾しない限り、本発明に包含される。

30

本発明は、その特定の実施形態を参照して詳細に説明されているが、特許請求される本発明の精神および範囲から逸脱することなく、様々な変更および修正を行うことができることは、当業者には明らかであろう。

40

## フロントページの続き

|                               |                             |             |
|-------------------------------|-----------------------------|-------------|
| (51)国際特許分類                    | F I                         | テーマコード (参考) |
| <b>G 0 2 B 6/44 (2006.01)</b> | <b>G 0 2 B 6/44 3 0 1 A</b> |             |

(32)優先日 令和4年4月21日(2022.4.21)

(33)優先権主張国・地域又は機関  
米国(US)

(81)指定国・地域 AP(BW,CV,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,R  
U,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,ME,  
MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,N  
E,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,  
CV,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IQ,IR,IS,IT,J  
M,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,MG,MK,MN,MU,MW,MX,MY  
,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,S  
Y,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

弁理士 坪倉 道明

(74)代理人 100129713  
弁理士 重森 一輝

(74)代理人 100137213  
弁理士 安藤 健司

(74)代理人 100196483  
弁理士 川寄 洋祐

(74)代理人 100160255  
弁理士 市川 祐輔

(74)代理人 100216839  
弁理士 大石 敏幸

(74)代理人 100228980  
弁理士 副島 由加里

(74)代理人 100151448  
弁理士 青木 孝博

(74)代理人 100146318  
弁理士 岩瀬 吉和

(74)代理人 100127812  
弁理士 城山 康文

(72)発明者 ヤンセン, ヨハン・フランツ・グラドゥス・アントニウス  
オランダ国、6 1 6 5・エーピー、ヘレーン、マリスストラート・1 1

(72)発明者 ホーベン, マルセル  
オランダ国、6 1 0 1・ジェイシー、エヒト、プリンセス・イレーネストラート・1 4

(72)発明者 ヘ, メン  
アメリカ合衆国、6 0 1 7 7、サウス・エルジン、ケイトランド・ウェイ・7 5 9

(72)発明者 カオ, ファイミン  
アメリカ合衆国、6 0 5 4 0、ネイパービル、エイダ・レーン・1 5 2 0

F ターム (参考) 2H250 AB04 AB05 AB06 AB07 AB08 AB10 AB18 BA32 BB04 BB13  
BB14 BB17 BB18 BB19 BB33 BC02 BD17 BD20  
4G060 AA01 AA02 AC15 AD43 CB09 CB22 CB26 CB27  
4J038 DG201 DG261 FA112 FA281 FA282 GA03 GA13 JC30 JC35 KA06  
KA08 PA17 PB08 PC03  
4J127 AA03 BA031 BB021 BB023 BB031 BB032 BB033 BB042 BB092 BB111  
BB112 BB113 BB221 BB222 BB223 BC021 BC022 BC023 BC051 BC052 BC151  
BC152 BC153 BD211 BD213 BD221 BD223 BD431 BD432 BD433 BD461 BD471  
BD472 BD473 BD481 BD492 BE241 BE242 BE243 BE24Y BE513 BE51Y BF141

---

**F ターム (参考)**

141 BF142 BF143 BF14X BF191 BF192 BF193 BF19X BF222 BF22X  
BF611 BF61X BF631 BF632 BF63X BF772 BF77Z BG041 BG04X BG051 BG052  
BG053 BG05X BG091 BG09X BG101 BG10X BG141 BG142 BG14X BG181 BG18X  
BG232 BG23X BG271 BG272 BG273 BG27X BG27Y BG27Z BG393 BG39Z CB151  
CB152 CB202 CC012 CC131 CC292 FA23